

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI LIMBAH BIOMATERIAL
CANGKANG KERANG SIMPING (*Amusium pleuronectes*) DARI DAERAH
TELUK LAMPUNG SEBAGAI BAHAN DASAR BIOKERAMIK**

(Skripsi)

Oleh

ANISA NURDINA



**JURUSAN FSIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2016**

ABSTRACT

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF SCALLOP SHELL (*Amusium pleuronectes*) BIOMATERIAL WASTE FROM LAMPUNG BAY AREA AS A BASIC MATERIAL OF BIOCERAMICS

By

Anisa Nurdina

*This preparation has been done for scallop shells (*Amusium pleuronectes*) with the aims from this preparation are to determine the effect of calcination temperature on the characteristics of the material by SEM-EDS, XRD, DTA /TGA and FTIR. Scallop shells were used in this study was obtained by samples preparation. Samples were prepared and then calcined with different temperatures at 500 °C, 800 °C and 1000 °C. Analysis by DTA/TGA shown that there is difference in formation endothermic temperature scallop shells with commercial calcium carbonate was 35 °C and the difference in mass shrinkage scallop shells with commercial calcium carbonate was amounted at 0.86%. The results of XRD analysis showed before calcined sample contains calcium carbonate with aragonite phase. After calcined at temperature 800 °C calcium carbonate decomposed into calcium oxide. Characterization by FTIR showed that before calcination, sample have functional groups O-H, C-H, C-O and CO₃²⁻. After calcined at temperature 500 °C, indicating that there are functional groups O-H, C-O and CO₃²⁻ and after calcined at temperature 800 °C appears Ca-O functional groups. SEM characterization results indicate that sample before calcination and after calcination has different surface structure and particle size. EDS characterization results indicate that the largest content contained in the sample are Ca compound.*

*Keywords: scallop shells (*Amusium pleuronectes*), calcination, calcium carbonate, calcium oxide.*

ABSTRAK

PREPARASI DAN KARAKTERISASI LIMBAH BIOMATERIAL CANGKANG KERANG SIMPING (*Amusium pleuronectes*) DARI DAERAH TELUK LAMPUNG SEBAGAI BAHAN DASAR BIOKERAMIK

Oleh

Anisa Nurdina

Telah dilakukan preparasi cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik bahan dengan analisis SEM-EDS, XRD, DTA/TGA, dan FTIR. Cangkang kerang simping yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dengan cara mempreparasi sampel. Sampel yang telah dipreparasi kemudian dikalsinasi pada suhu yang berbeda yaitu 500 °C, 800 °C dan 1000 °C, lalu dikarakterisasi. Analisis dengan DTA/TGA menunjukkan bahwa terjadi selisih suhu pembentukkan endotermik cangkang kerang simping dengan kalsium karbonat komersil sebesar 35 °C dan selisih penyusutan massa cangkang kerang simping dengan kalsium karbonat komersil sebesar sebesar 0,86 %. Hasil analisis XRD menunjukkan sebelum dikalsinasi sampel mengandung kalsium karbonat berfasa aragonit. Setelah dikalsinasi pada suhu 800 °C kalsium karbonat terdekomposisi menjadi kalsium oksida. Karakterisasi dengan FTIR menunjukkan bahwa sebelum kalsinasi sampel memiliki gugus fungsi O-H, C-H, C-O dan CO₃²⁻. Setelah dikalsinasi pada suhu 500 °C, menunjukkan bahwa terdapat gugus fungsi O-H, C-O dan CO₃²⁻ dan setelah dikalsinasi pada suhu 800 °C muncul gugus fungsi Ca-O. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bahwa sampel sebelum kalsinasi dan setelah kalsinasi memiliki struktur permukaan dan ukuran partikel yang berbeda. Hasil karakterisasi EDS menunjukkan bahwa kandungan terbesar yang terdapat pada sampel adalah senyawa Ca.

Kata kunci: Cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*), kalsinasi, kalsium karbonat, kalsium oksida.

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI LIMBAH BIOMATERIAL
CANGKANG KERANG SIMPING (*Amusium pleuronectes*) DARI DAERAH
TELUK LAMPUNG SEBAGAI BAHAN DASAR BIOKERAMIK**

Oleh

ANISA NURDINA

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**JURUSAN FSIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2016**

Judul Skripsi

: **PREPARASI DAN KARAKTERISASI LIMBAH
BIOMATERIAL CANGKANG KERANG SIMPING
(*Amusium pleuronectes*) DARI DAERAH TELUK
LAMPUNG SEBAGAI BAHAN DASAR BIOKERAMIK**

Nama Mahasiswa

: **ANISA NURDINA**

Nomor Pokok Mahasiswa

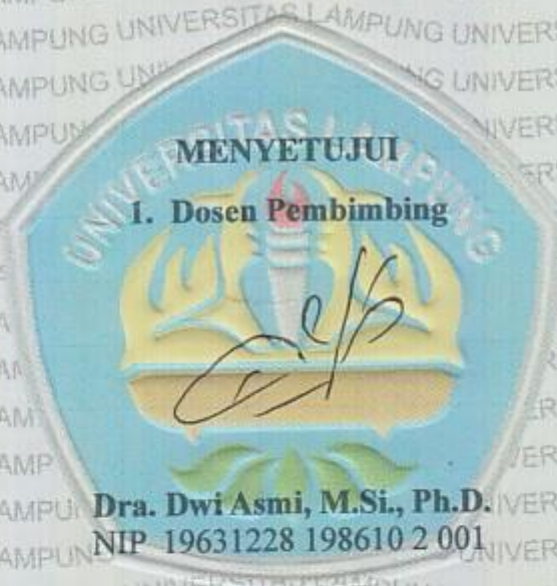
: **1017041020**

Jurusan

: **Fisika**

Fakultas

: **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.
NIP. 19631228 198610 2 001

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

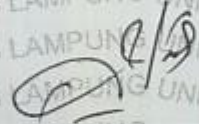
Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si.
NIP. 19751219 200012 2 003

MENGESAHKAN

1. **Tim Penguji**

Ketua

: Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D



Penguji

Bukan Pembimbing : Drs. Ediman Ginting, M.Si.



2. **Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



Prof. Dr. Warsito, S.Si., D.E.A.

NIP. 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 22 Agustus 2016

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan oleh orang lain, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis disebut dalam daftar pustaka, selain itu saya menyatakan skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan saya ini tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Agustus 2016



Anisa Nurdina
NPM. 1017041020

RIWAYAT HIDUP

Penulis yang bernama lengkap Anisa Nurdina, dilahirkan di Bandar Lampung pada tanggal 11 Agustus 1992 dari pasangan Bapak Yusman dan Ibu Laili Hasanah sebagai anak ke dua dari empat bersaudara.

Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar di SD Negeri 5 Sumberejo Kemiling pada tahun 2005, kemudian menyelesaikan pendidikan Sekolah Menengah Pertama di SMP Negeri 26 Bandar Lampung tahun 2007, dan Sekolah Menengah Atas di SMA Negeri 7 Bandar Lampung pada tahun 2010. Pada tahun yang sama penulis diterima sebagai mahasiswa di Universitas Lampung, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam melalui jalur SNMPTN.

Selama menjadi mahasiswa penulis aktif dalam Himpunan Mahasiswa Fisika Universitas Lampung anggota kaderisasi HIMAFI. Penulis pernah menjadi asisten Praktikum Fisika Dasar I dan Fisika Dasar II. Penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Bandar Lampung pada tahun 2013 di UPT. BPML – LIPI Tanjung Bintang, Lampung Selatan dengan judul “ **Pembuatan Mortar Menggunakan *Slag* Besi Sebagai Substitusi Semen** ”.

Motto

Life is like a roller coaster it has its ups and
downs. But it's your choice to scream or enjoy
the ride
(Anonymous)

*The road to success is always under
construction
(Lily Tomlin)*

*It does not matter how slowly you go so
long as you do not stop
(Confucius)*

PERSEMBAHAN

Dengan ketulusan dan rasa syukur kepada Allah SWT kupersembahkan karya ku ini kepada:

“ Kedua orang tuaku (Yusman dan Laili Hasanah) yang tidak pernah berhenti memberikan kasih sayang, dukungan, semangat serta mendoakan kesuksesan dan keberhasilan anaknya ”

“ Kakakku tercinta (M. Edo Erlangga) yang telah memberikan motivasi dan dukungan untuk menyelesaikan skripsi ini ”

“ Adik- adikku (M. Bintang Raihan dan Syifa Nurrahma) ”

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan kesehatan dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Preparasi Dan Karakterisasi Limbah Biomaterial Cangkang Kerang Simping (*Amusium pleuronectes*) Dari Daerah Teluk Lampung Sebagai Bahan Dasar Biokeramik”**. Adapun tujuan penulisan skripsi ini adalah sebagai salah satu persyaratan untuk mendapatkan gelar S1 dan juga melatih kreatifitas dan kemampuan mahasiswa dalam menulis karya ilmiah.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua.

Bandar Lampung, Agustus 2016

Penulis,

Anisa Nurdina

SANWACANA

Penulisan skripsi ini tentu tidak terlepas dari bantuan semua pihak yang tulus membantu, membimbing dan mendoakan. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D sebagai pembimbing yang tidak pernah lelah selalu memberikan arahan, bimbingan dan motivasi kepada penulis selama penelitian.
2. Bapak Drs. Ediman Ginting M.Si sebagai dosen penguji yang telah memberikan masukan dan koreksi dalam penyelesaian skripsi ini.
3. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T selaku Pembimbing Akademik.
4. Ibu Dr. Yanti Yulianti, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Unila
5. Ayahanda, ibunda, kakak, dan adik-adikku yang selalu mendo'akan dan memberikan dukungan. Terima kasih untuk semua kasih sayang dan pengorbanan kalian yang selalu menjadi penyemangat bagi penulis.
6. Sahabat seperjuanganku Helrita Maulina dan Irene Lucky Oktavia yang selalu memberi dukungan dan motivasi untuk menyelesaikan penelitian ini. Terimakasih atas bantuan dan kerjasamanya.
7. Sahabat SMA, Tiara Meilita Sela yang selalu memberi motivasi dan dukungan dalam menyelesaikan penelitian ini, serta selalu mengingatkan penulis untuk tetap menjaga kesehatan. Terima kasih karena telah menjadi sahabat yang selalu ada disaat suka maupun duka.
8. Teman-teman seperjuangan Riza, Suci, Alvi, Devi, Meta serta teman-teman satu angkatan yang tidak bisa disebutkan satu persatu, terima kasih untuk semua dukungan, doa dan kebersamaan kalian.
9. Adik tingkatku Laras, Ayu, Ulil dan Desty. Terimakasih atas bantuan serta kerjasamanya dalam menyelesaikan penelitian ini.
10. Semua pihak yang terlibat dalam penyelesaian skripsi ini.

Semoga atas segala bantuan, doa, motivasi, dan dukungan menjadi yang terbaik untuk penulis, dan kiranya semuanya diridhoi Allah SWT. Penulis berharap kiranya skripsi ini bermanfaat bagi semuanya.

Bandar Lampung, Agustus 2016

Penulis

Anisa Nurdina

DAFTAR ISI

	halaman
ABSTRACT	i
ABSTRAK	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
MOTTO	viii
PERSEMBAHAN	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Batasan Masalah	5
D. Tujuan Penelitian	5
E. Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Kerang Semping (<i>Amusium pleuronectes</i>)	7

B. Penelitian Terkait Kerang Simping (<i>Amusium pleuronectes</i>)	10
C. Kalsium Karbonat (CaCO ₃)	12
D. Biomaterial	13
E. Biokeramik	14
F. Karakterisasi Material	15
1. DTA/TG (<i>Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis</i>)	15
2. FTIR (<i>Fourier Transform Infra-Red</i>).....	18
3. XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	21
4. SEM-EDX (<i>Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray</i>).....	27

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian	30
B. Alat dan Bahan	30
C. Prosedur Penelitian.....	31
1. Preparasi Bahan Dasar.....	31
2. Kalsinasi Sampel	32
3. Karakterisasi	33
D. Diagram Alir	38

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Preparasi Cangkang Kerang Simping	39
B. Hasil Karakterisasi Sampel	40
1. Analisis DTA/TG (<i>Differential Thermal Analysis /Thermogravimetric Analysis</i>)	40
2. Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	46
3. Hasil Analisis <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	55
4. Hasil Analisis <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	66

V. KESIMPULAN

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	halaman
2.1 Morfologi Kerang Sipping	8
2.2 Komponen <i>Furnace</i> pada DTA.....	16
2.3 Penampang DTA/TG	17
2.4 Diagram Interferometer Michelson FTIR	19
2.5 Skema Analisis FTIR	19
2.6 Difraksi Sinar-X oleh Atom-Atom pada Bidang	23
2.7 Difraktometer	25
3.1 Diagram Alir	38
4.1 Cangkang Kerang Sipping yang telah Dibersihkan (a) Menggunakan Air Biasa dan (b) Menggunakan Larutan H ₂ SO ₄	39
4.2. Grafik DTA Serbuk cangkang Kerang Sipping	41
4.3. Grafik TGA Serbuk cangkang Kerang Sipping	42
4.4 Grafik DTA Kalsium Karbonat Komersil.....	43
4.5 Grafik TGA Kalsium Karbonat Komersil.....	43
4.6 Grafik Perbandingan DTA (a) Kalsium Karbonat Komersil (b) Cangkang Kerang.....	45
4.7 Grafik Perbandingan TG (a) Kalsium Karbonat Komersil (b) Cangkang Kerang.....	45
4.8 Grafik XRD Cangkang Kerang Sipping Sebelum Kalsinasi	47

4.9	Grafik XRD Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 500 °C	48
4.10	Grafik XRD Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 800 °C	50
4.11	Grafik XRD Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 1000 °C	50
4.12	Grafik XRD Cangkang Kerang Simping (a) Sebelum Kalsinasi (b)Kalsinasi Suhu 500 °C (c)Kalsinasi Suhu 800 °C (d) Kalsinasi Suhu 1000 °C	51
4.13	Grafik XRD Kalsium Karbonat Komersil Sebelum Kalsinasi.....	52
4.14	Grafik XRD Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi Suhu 500 °C	52
4.15	Grafik XRD Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi Suhu 800 °C	54
4.16	Grafik XRD Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi Suhu 1000 °C	54
4.17	Grafik XRD Kalsium Karbonat Komersil (a) Sebelum Kalsinasi (b)Kalsinasi Suhu 500 °C (c)Kalsinasi Suhu 800 °C (d) Kalsinasi Suhu 1000 °C	55
4.18	Grafik FTIR Cangkang Kerang Simping Sebelum Kalsinasi	56
4.19	Grafik FTIR Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 500 °C	58
4.20	Grafik FTIR Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 800 °C	59
4.21	Grafik FTIR Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 1000 °C	60
4.22	Grafik FTIR Cangkang Kerang Simping (a) Sebelum Kalsinasi (b) Kalsinasi Suhu 500 °C (c)Kalsinasi Suhu 800 °C (d) Kalsinasi Suhu 1000 °C	61
4.23	GrafikFTIR Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Sebelum Dikalsinasi	62
4.24	Grafik FTIR Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi 500 °C	63
4.25	Grafik FTIR Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi 800 °C	64
4.26	Grafik FTIR Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi 1000 °C	65

4.27 Grafik FTIR Serbuk Kalsium Karbonat Komersil (a) Sebelum Kalsinasi (b) Kalsinasi 500 °C (c)Kalsinasi 800 °C (d) Kalsinasi 1000 °C.....	66
4.28 Hasil SEM Cangkang Kerang Simping Perbesaran 5000x (a) Sebelum Dikalsinasi (b) Kalsinasi Suhu 500 °C (c)Kalsinasi Suhu 800 °C (d) Kalsinasi Suhu 1000 °C	66
4.29 Hasil EDS Cangkang Kerang Simping Sebelum Dikalsinasi	69
4.30 Hasil EDS Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 500 °C	70
4.31 Hasil EDS Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 800 °C	71
4.32 Hasil EDS Cangkang Kerang Simping Kalsinasi Suhu 1000 °C	71
4.33 Hasil SEM Serbuk Kalsium Karbonat Komersil Perbesaran 5000x (a) Sebelum Kalsinasi (b) Kalsinasi Suhu 500 °C (c)Kalsinasi Suhu 800 °C (d) Kalsinasi Suhu 1000 °C	73
4.34 Hasil EDS Kalsium Karbonat Komersil Sebelum Dikalsinasi	74
4.35 Hasil EDS Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi Suhu 500 °C	75
4.36 Hasil EDS Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi Suhu 800 °C	76
4.37 Hasil EDS Kalsium Karbonat Komersil Kalsinasi Suhu 1000 °C	77

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Teluk Lampung merupakan salah satu dari dua teluk besar di daerah Lampung yang terletak di ujung paling selatan pulau Sumatera. Teluk ini berhadapan langsung dengan Selat Sunda yang merupakan perairan penghubung antara Laut Jawa di sebelah utara dan Samudera Hindia di selatan. Letak geografis Teluk Lampung terbentang antara $104^{\circ} 56'$ - $105^{\circ} 45'$ BT dan $5^{\circ} 25'$ - $5^{\circ} 59'$ LS. Pesisir Teluk Lampung meliputi wilayah daratan dan perairan. Luas wilayah daratan Teluk Lampung adalah 127.902 ha, sedangkan luas perairannya adalah 161,178 ha (Helfinalis, 2000).

Perikanan tangkap merupakan kegiatan ekonomi penting bagi Propinsi Lampung karena kontribusinya dalam penyediaan pangan yang berasal dari laut seperti berbagai jenis ikan, udang, cumi, kerang-kerangan, dan hewan lunak lainnya. Hasil perikanan tangkap seperti berbagai jenis ikan, udang, cumi, dan hewan lunak lainnya yang didaratkan di Teluk Lampung pada tahun 1997 sekitar 51.000 ton, termasuk berbagai jenis kerang-kerangan, salah satunya adalah kerang simping (CRMP, 1998).

Kerang simping merupakan salah satu biota laut yang memiliki distribusi cukup luas. Penyebarannya mulai dari Laut India, Laut Cina Selatan, Indo-Cina, Jepang, Philipina, Papua New Guinea, Indonesia dan Australia (Carpenter dan Niem, 2002). Kerang simping dengan nama ilmiah *Amusium pleuronectes* merupakan salah satu anggota dari famili *pectinidae*. Shumway dan Parsons (2006) menyatakan bahwa terdapat lebih dari 400 spesies di dalam famili *pectinidae*. Kerang simping atau yang biasa disebut dengan *scallop*, tersebar diseluruh perairan di dunia mulai dari perairan subtropis sampai perairan tropis. Habitat kerang ini dapat dijumpai pada berbagai substrat seperti pasir sampai lumpur berpasir pada kedalaman 5-50 m (Widowati *et al*, 2002).

Kerang simping saat ini menjadi salah satu sumber daya perikanan yang memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Berdasarkan data statistik perikanan tangkap di Indonesia tahun 2000-2010, produksi kerang simping di Indonesia mengalami peningkatan sebesar 19,79% (DJPT, 2011). Peningkatan tersebut juga berdampak pada kenaikan jumlah limbah cangkang kerang. Di Indonesia, limbah cangkang kerang simping telah dimanfaatkan sebagai bahan kerajinan untuk hiasan dinding atau sebagai elemen estetika bangunan (Armando, 2013). Sementara itu, di negara lain seperti Thailand, limbah cangkang kerang simping telah dimanfaatkan untuk industri pakan ternak (Tongchan *et al*, 2009). Alternatif untuk menangani limbah cangkang kerang ini salah satunya adalah dengan mengubah limbah cangkang kerang menjadi produk lain yang bermanfaat, atau yang dikenal dengan *waste to product*.

Kerang simping (*Amusium pleuronectes*) termasuk jenis kerang laut yang sering ditemukan dalam dua bentuk mineral kalsium karbonat (CaCO_3), yaitu kalsit dan aragonit. Struktur kristal dari kalsit dan aragonit serta perubahannya telah dipelajari. Kerang laut terdiri dari 97-99% kalsium karbonat atau CaCO_3 dalam kalsit, aragonit, dan lainnya. Selain itu, juga terkandung MgCO_3 , $(\text{Fe})_2\text{O}_3$, SiO_2 , $\text{Ca}_3\text{P}_2\text{O}_8$, CaSO_4 , protein, dan polisakarida dalam jumlah sedikit. Selain komponen mayor dan minor tersebut, terdapat pula unsur tambahan lain seperti Sn, Mo, Mn, Cd, Ti, B, Pb, Au, Ag, Ni, Co, Bi, Cu, Sr, Rb, sebagai unsur lain yang terkandung dalam kerang (Linga *et al*, 2003).

Beberapa penelitian telah dilakukan dengan memanfaatkan cangkang kerang simping. Salah satunya adalah yang dilakukan oleh Tri dkk (2011) yaitu dengan memanfaatkan kerang simping sebagai sumber kalsium pada produk ekstrudat. Penelitian dilakukan untuk mengetahui efek penambahan tepung kalsium, tepung jawawut dan tepung jagung pada produk ekstrudat dengan mempertimbangkan rasio Ca : P dalam pembuatannya. Analisa kimia dilakukan terhadap produk yang mencakup uji proksimat, kadar kalsium dan fosfor, juga analisa lain seperti *breaking strength*. Berdasarkan hasil penelitian, kandungan kalsium pada produk ekstrudat fortifikasi tepung cangkang kerang simping dengan tepung jagung dan tepung jawawut berturut-turut adalah 582,66 mg/100 g dan 950 mg/100 g, sedangkan untuk fosfor 180 mg/100 g dan 280 mg/100 g. Uji *breaking strength* jagung 8,81 KgF dan 5,32 KgF. Penelitian lainnya yang dilakukan dengan memanfaatkan cangkang kerang simping adalah penelitian Pipih dkk (2013) dengan menganalisis aktivitas antioksidan dan komponen bioaktif kerang simping

(*Amusium pleuronectes*). Kerang simping diduga memiliki komponen bioaktif sebagai antioksidan baru. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan aktivitas antioksidan dan komponen bioaktif kerang simping. Metode analisis yang digunakan meliputi analisis aktivitas antioksidan dengan metode DPPH dan analisis komponen bioaktif. Kerang simping memiliki rendemen cangkang 41,15%; daging 35,89% dan jeroan 23,04%. Aktivitas antioksidan (IC50) tertinggi pada ekstrak kasar daging kerang simping yang diekstraksi dengan metanol sebesar 1.648,45 ppm.

Berdasarkan beberapa uraian di atas, terkait dengan kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) pada cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*), maka dilakukan penelitian dengan memanfaatkan cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) ini sebagai bahan dasar biokeramik.

B. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana mempersiapkan limbah biomaterial cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) sebagai bahan dasar biokeramik?
2. Bagaimana pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik biokeramik berbasis limbah biomaterial cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) ?

C. Batasan Masalah

Pada penelitian ini terdapat beberapa batasan masalah sebagai berikut:

1. Limbah biomaterial yang digunakan sebagai bahan dasar biokeramik adalah cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*).
2. Pemanasan atau kalsinasi sampel dilakukan pada suhu 500°C, 800°C, dan 1000°C.
3. Biokeramik yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan SEM, XRD, DTA/TGA dan FTIR.

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mempreparasi limbah biomaterial cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) sebagai bahan dasar biokeramik.
2. Mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik bahan dengan analisis SEM, XRD, DTA/TGA, dan FTIR.

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari hasil penelitian adalah:

1. Dapat menangani limbah biomaterial cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) dengan mengubah limbah menjadi produk lain yang bermanfaat, atau yang dikenal dengan *waste to product*.

2. Menambah pengetahuan mengenai proses pembuatan biokeramik yang dibuat dari bahan dasar limbah biomaterial cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*).
3. Memberikan informasi mengenai karakteristik biokeramik yang berbasis limbah biomaterial cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) yang meliputi karakteristik struktur serta mikrostrukturnya.

II. TINJAUAN PUSTAKA

Bab II menjelaskan tentang beberapa landasan teori yang mendukung topik penelitian. Landasan teori ini ini dimulai dengan penjelasan mengenai kerang simping (*Amusium pleuronectes*), penelitian terkait pemanfaatan kerang simping, kalsium karbonat (CaCO_3), biomaterial, biokeramik, dan karakterisasi yang meliputi DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*), FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*).

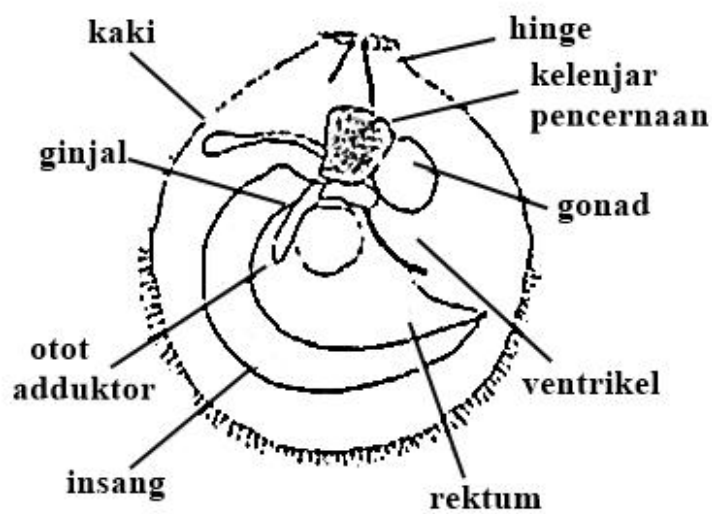
A. Kerang Simping (*Amusium pleuronectes*)

Kerang simping memiliki nama ilmiah *Amusium pleuronectes* dan merupakan anggota dari famili *pectinidae*. Terdapat lebih dari 30 marga dan sekitar 350 spesies dalam famili *pectinidae*. Habitat dari kerang simping yaitu di daerah perairan laut dasar yang beriklim tropis (Swennen, 2001).

Kerang simping (*Amusium pleuronectes*) memiliki klasifikasi sebagai berikut:

<i>Kingdom</i>	: <i>Animalia</i>
<i>Phylum</i>	: <i>Mollusca</i>
<i>Class</i>	: <i>Bivalvia</i>

<i>Subclass</i>	: <i>Pteriomorphia</i>
<i>Ordo</i>	: <i>Ostreoida</i>
<i>Family</i>	: <i>Pectinidae</i>
<i>Genus</i>	: <i>Amusium</i>
<i>Species</i>	: <i>pleuronectes</i>



Gambar 2.1. Morfologi kerang simping (Allan, 1962).

Kerang simping memiliki katup cangkang di bagian luar berwarna keputih-putihan, sedangkan di bagian dalam terdapat dua bagian yang sempit. Kerang simping memiliki macam-macam gigi (hinge) seperti huruf V terbalik yang terletak dibagian atas sebelah kanan. Kerang simping memiliki kaki yang digunakan untuk mencegah lumpur masuk ke insang dan organ lain selain difungsikan sebagai alat pergerakan (Allan, 1962).

Kerang simping memiliki karakter cangkang kerang yang tipis dan berukuran sedang (umumnya mencapai panjang 8 cm) serta memiliki ukuran panjang kerang

maksimum 10 cm. Kedua katup cangkang kerang simping memiliki bentuk yang agak cembung. Pada kerang simping, katup cangkang sebelah kanan bawah sedikit lebih menggebung dan lebih besar daripada katup cangkang bagian kiri atas. Warna katup sebelah kiri bagian luar cangkang kerang simping adalah merah muda kecoklatan. Tingkat warnanya bervariasi dari warna terang menuju gelap yang menandai pertumbuhan konsentris, serta memiliki garis-garis radial lebih gelap dan titik-titik putih kecil pada daerah umbonal. Bagian dalam katup sebelah kiri berwarna keputihan dan daerah pusatnya berwarna merah muda dengan bercak coklat di bawah katup. Sedangkan, katup bagian kanan bagian dalam dan luarnya berwarna putih. Kerang simping dapat hidup di hampir semua perairan laut di dunia, sehingga dijuluki sebagai kerang kosmopolitan. Penyebaran kerang simping ini mulai dari timur Samudera Hindia dan Pasifik barat, Myanmar, Indonesia, Papua New Guinea, utara Taiwan, provinsi China, selatan Jepang, dan selatan Queensland (Habe, 1964).

Kerang simping mendiami zona litoral, hidup di atas lumpur atau dasar lumpur berpasir di teluk perairan dangkal (Allan, 1962). Kerang simping seringkali ditemukan pada perairan dangkal, tepatnya di pantai yang masih memiliki hutan mangrove. Kerang simping dapat tumbuh secara optimal pada suhu 24,5-30°C, dengan salinitas 18-38 ppt, pH 6,4-7,7 dan oksigen terlarut 2,5-5 ppm (Campbell, 2006). Kerang simping hidup di perairan dangkal dengan kedalaman maksimum 80 meter, tetapi ada juga yang hidup pada kedalaman 50 meter. Di daerah Estuaria, ada juga kerang simping yang ditemukan di kedalaman 1-2 meter pada saat air pasang atau air surut terendah (Swennen, 2001). Seperti bivalvia pada

umumnya, kerang simping merupakan hewan *filter feeder* dengan makanan utama plankton dan deritus organik. Ketika berada di dalam air kerang simping akan sedikit membuka cangkangnya untuk makan dan respirasi. Kemudian arus air akan mengalir melalui cangkang dan partikel makanan disaring dengan menggunakan insangnya yang besar (Young, 1980).

Dalam sistem reproduksi, kerang simping memiliki jenis kelamin terpisah atau yang dikenal dengan *dioecious* dimana jantan dan betina dapat dibedakan dengan melihat warna dari gonad (Campbell, 2006). Gonad betina yang matang ditandai dengan kelamin berwarna oranye, sedangkan gonad jantan yang matang ditandai dengan kelamin yang berwarna putih. Pemijahan terjadi secara alami dimana simping betina melepaskan telurnya keluar, kemudian fertilisasi terjadi secara eksternal atau di luar tubuh. Pemijahan sangat dipengaruhi oleh faktor fisika dan kimia di perairan terutama temperatur. Beberapa spesies bivalvia melakukan pemijahan sepanjang tahun. Kebanyakan bivalvia mengalami kematangan seksual yang bergantung pada ukuran tubuh dan umur. Selain itu, ukuran kematangan seksual tergantung dari spesies dan distribusi geografi (Helm *et al*, 2004). Kerang simping akan mencapai dewasa ketika berukuran 70-100 mm (Dhamaraj *et al*, 2004).

B. Penelitian Terkait Kerang Simping (*Amusium pleuronectes*)

Berbagai penelitian telah dilakukan dengan memanfaatkan kerang simping. Pipih, dkk (2013) melakukan penelitian untuk mengetahui aktivitas antioksidan dan komponen bioaktif pada kerang simping. Metode analisis yang digunakan

meliputi analisis aktivitas antioksidan dengan metode DPPH dan analisis komponen bioaktif. Kerang simping memiliki rendemen cangkang 41,15%; daging 35,89%; jeroan 23,04%. Aktivitas antioksidan (IC50) tertinggi pada ekstrak kasar daging kerang simping yang diekstraksi dengan metanol sebesar 1.648,45 ppm. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa daging kerang simping kaya akan protein yang ditandai dengan hasil uji proksimat persentase protein daging sebesar 13,97%. Asam amino yang terdeteksi ini diduga dihasilkan dari proses hidrolisis protein dan asam amino-asam amino non protein. Ekstrak methanol daging kerang simping memiliki aktivitas antioksidan tertinggi (1.648,45 ppm). Ekstrak tersebut memiliki senyawa steroid, saponin, gula pereduksi, asam amino dan flavonoid yang berfungsi untuk mengurangi resiko beberapa penyakit kronis dengan kemampuannya sebagai antioksidan, anti inflamasi, dan anti proliferasi.

Tri, dkk (2011) telah memanfaatkan limbah cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) dalam pembuatan *cookies* kaya kalsium. Produk diversifikasi *cookies* kaya kalsium dibuat dari bahan dasar tepung kalsium yang diperoleh dari cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) yang diketahui mengandung beberapa mineral termasuk kalsium yang sangat dibutuhkan oleh tubuh manusia. Pemisahan kalsium dari cangkang kerang simping dilakukan dengan *deproteinase* yaitu dengan menghilangkan protein pada cangkang dengan cara hidrolisis protein. Ekstraksi kalsium dari cangkang kerang simping dilakukan dengan proses hidrolisis protein menggunakan larutan asam klorida (HCl). Perlakuan yang diberikan adalah perbedaan konsentrasi tepung cangkang kerang simping 0%, 5%

dan 7,5% dalam adonan *cookies*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi tepung cangkang kerang simping memberikan pengaruh yang sangat nyata ($\alpha = 0,01$) terhadap kadar air, abu, lemak, protein, kalsium, fosfor dan kekerasan *cookies*. Penambahan tepung cangkang simping dengan konsentrasi 7,5% menghasilkan *cookies* dengan kadar kalsium tertinggi (6.57%), dengan kadar fosfor (1,58%), abu (6,95%), karbohidrat (52,31%) dan nilai kekerasan cookies (1,06 KgF).

C. Kalsium Karbonat (CaCO_3)

Kalsium karbonat atau CaCO_3 merupakan senyawa yang terdapat dalam batuan kapur dalam jumlah besar. Senyawa ini merupakan mineral paling sederhana yang tidak mengandung silikon dan merupakan sumber pembuatan senyawa kalsium terbesar secara komersial (Othmer, 1965). Di alam, kalsium karbonat (CaCO_3) dapat ditemui pada batuan kapur dalam berbagai bentuk seperti marmer, kapur dan batuan kapur (Patnaik, 2001).

Kalsium karbonat (CaCO_3) sudah cukup luas diaplikasikan terutama dalam bidang industri. Kebutuhan kalsium karbonat (CaCO_3) sejak tahun 1983 terus meningkat seiring dengan berkembangnya industri pemakaiannya, antara lain industri cat, industri plastik, PVC compound, ban, sepatu karet, kosmetik, kulit imitasi, pasta gigi dan industri yang lain. Berdasarkan data impor Biro Pusat Statistik, penggunaan kalsium karbonat terus meningkat dari tahun ketahun, data pada tahun 1988, impor CaCO_3 sebesar 20.000 ton (Husaini *et al*, 1992).

D. Biomaterial

Biomaterial dapat dideskripsikan sebagai kombinasi dari zat yang berasal dari bahan-bahan alami, organik atau anorganik yang biokompatibel dengan tubuh. Biomaterial berperan sebagai perangkat biomedis yang dapat menambah, memperbaiki atau menggantikan sebagian atau seluruh dari jaringan yang rusak pada organisme (Boretos *et al*, 1984).

Biomaterial merupakan sebuah material yang sangat layak digunakan dalam perangkat medis untuk berinteraksi dengan sistem biologis. Penggunaan biomaterial dalam media fisiologis membutuhkan karakteristik tertentu seperti memiliki efisiensi tinggi dan dapat diandalkan dalam aplikasi medis. Karakteristik ini telah disediakan dari kombinasi yang cocok dari bahan kimia, mekanik, fisik dan sifat biologis sehingga membentuk biokompabilitas yang tinggi (Williams, 1987).

Saat ini, biomaterial alami sudah banyak digunakan dalam berbagai aplikasi medis seperti katup jantung buatan, kulit sintetis untuk perbaikan kulit, kultur jaringan, organ *hybrid*, pembuluh darah sintetis, hati buatan, alat pacu jantung, implan sendi buatan, fusi tulang belakang (perbaikan tulang), dan perbaikan jaringan ikat (Ravi, 2000). Bahan biomaterial diinginkan karena memiliki sifat biokompatibel seperti bioaktif, bioinert dan biodegradable, namun masih terdapat beberapa kelemahan yang signifikan seperti kerapuhan dan kekuatan yang rendah sehingga masih diperlukan modifikasi-modifikasi selanjutnya untuk semakin memperbaiki kualitas biomaterial (Niinomi, 2002).

E. Biokeramik

Biokeramik diproduksi dalam empat bentuk umum yaitu: implan dalam jumlah besar, lapisan pada substrat dengan kekuatan tinggi, komposit, dan serbuk. Biokeramik pada umumnya digunakan dalam perbaikan atau rekonstruksi sistem muskuloskeletal. Bahan biokeramik memiliki kontak yang baik dengan jaringan keras seperti tulang atau jaringan ikat lunak seperti tendon, ligamen, dan jaringan otot. Dalam berbagai aplikasi, biokeramik mungkin bersentuhan langsung dengan jaringan keras di salah satu bagian dari permukaan jaringan, seperti akar implan gigi, dan juga berada dalam kontak dengan jaringan lunak, seperti jaringan gingiva, di situs implan yang sama. Selama empat dekade terakhir, telah terjadi perkembangan besar untuk biomaterial canggih. Di antara berbagai biomaterial yang berbeda, biokeramik baru-baru ini mendapatkan banyak perhatian oleh para peneliti. Pada umumnya, biokeramik digunakan untuk mengembalikan fungsi dasar jaringan atau organ tanpa merangsang respon biologis dari jaringan inang yang didasarkan pada sifat bioinert dan bioaktifnya (Larry, 1992).

Salah satu material biokeramik yang banyak digunakan adalah biokeramik hidroksiapatit. Pada tahun 1920, ditemukan kesamaan antara mineral tulang alami dengan keramik hidroksiapatit. Biokeramik ini adalah kalsium fosfat sintetik dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (De Jong, 1926). Biokeramik ini memiliki rasio molar teoritis kalsium dan fosfor sebesar 1,667 (Ghaffari *et al*, 2013). Demikian pula trikalsium fosfat dengan rumus kimia $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ yang telah terbukti menjadi material biokeramik dengan potensi memiliki ikatan tulang yang tinggi (Kay *et al*, 1964).

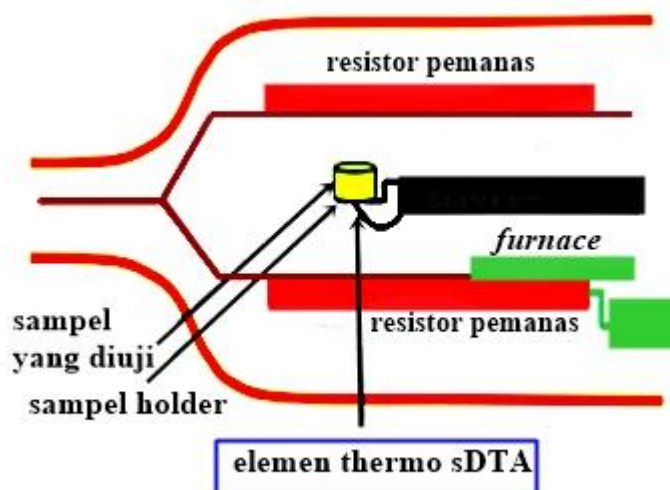
Biokeramik kalsium fosfat yang berbeda dapat mempengaruhi respon biologis setelah implantasi. Penggunaan biokeramik ini dapat dioptimalkan sesuai dengan tingkat resorpsi terhadap regenerasi tulang (Baghbani *et al*, 2012).

F. Karakterisasi Material

Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*), FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*).

1. DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*)

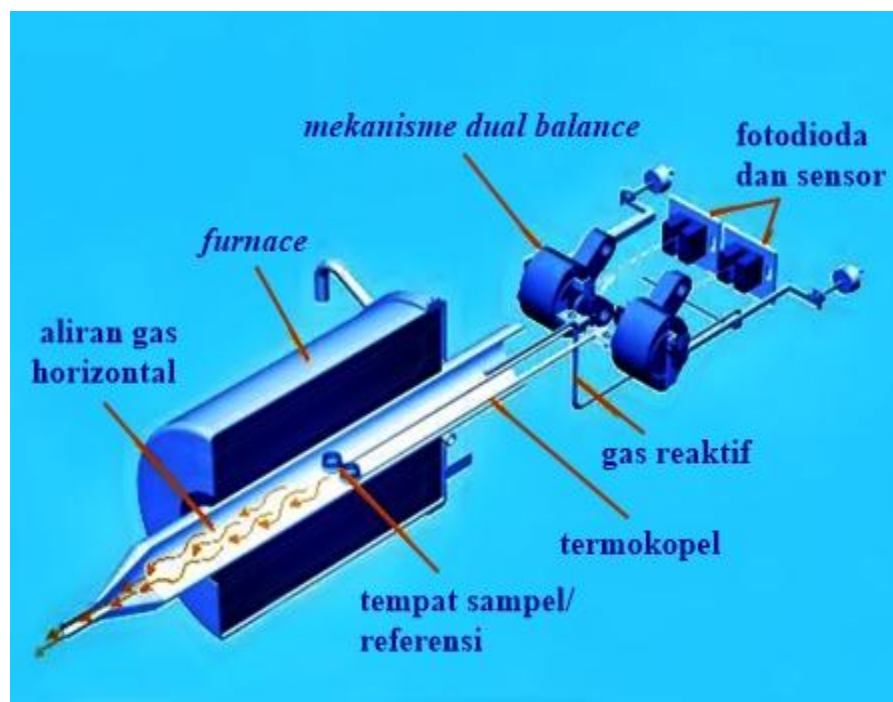
DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*) adalah salah satu teknik analisis material yang digunakan untuk mengetahui sifat thermal, perubahan fase dan stabilitas sampel. Sebuah instrumen DTA/TG terdiri dari sampel dan referensi (Al), yang didalamnya terdapat sensor yang terdiri dari Platina/Rhodium atau *chromell alumel thermocouples* sebagai referensi dan penghubung dengan pengontrol suhu differensial. Pada DTA terdapat *furnace Alumina block* yang berisi sampel dan referensi serta *temperature controller* yang berfungsi untuk mengontrol program suhu dan atmosfer *furnace* (Robinson, 2005)



Gambar 2.2 Komponen *furnace* pada DTA/TG (Shriver, 2006).

Analisis thermal dilakukan untuk mengetahui perubahan karakteristik dari sampel yang berkaitan dengan perubahan suhu yang diberikan. Sampel biasanya dalam bentuk padat. Pada analisis thermal, perubahan yang terjadi pada pemanasan meliputi titik leleh, transisi fase, sublimasi, dan dekomposisi. Analisis perubahan massa sampel pada pemanasan dikenal sebagai analisis *Thermogravimetric* (TG). Analisis TG digunakan untuk mengukur perubahan massa pada sebuah material sebagai fungsi suhu atau waktu di bawah kondisi terkendali. Secara otomatis perubahan berat sampel akan terekam sebagai fungsi dari suhu maupun waktu, Kegunaan utamanya meliputi pengukuran stabilitas thermal dan untuk mengetahui komposisi bahan. Analisis TG paling berguna untuk dehidrasi, dekomposisi, desorpsi, dan proses oksidasi. Metode analisis thermal yang paling banyak digunakan adalah analisis dengan menggunakan DTA (*Differential Thermal Analysis*). Analisis DTA digunakan untuk mengukur perbedaan suhu antara sampel dengan material referensi yang inert sebagai fungsi dari suhu. Pada DTA, suhu dari sebuah sampel dibandingkan dengan sebuah material referensi dengan perubahan suhu yang terprogram. Instrumen DTA/TG dapat digunakan untuk

menentukan titik lebur, suhu transisi kaca, kristalinitas, kelembapan atau kandungan volatil, stabilitas termal dan oksidatif, kemurnian dan transformasi suhu. Material yang digunakan sebagai referensi ideal adalah sebuah substansi dengan massa thermal yang sama sebagai sampel. Pada DTA, biasanya digunakan bubuk alumina (Al_2O_3) dan magnesium oksida (MgO) sebagai material referensi untuk analisis komponen anorganik (Shriver, 2006).



Gambar 2.3 Penampang DTA/TG (Anthony, 2001).

DTA/TG dapat dioperasikan dengan rentang suhu dari -200°C sampai suhu 1600°C , dengan rata-rata pemanasan sampai dengan $100^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan rata-rata kenaikan suhu 10°C sampai 20°C . Pada DTA terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi transfer panas diantaranya adalah bahan sampel yang digunakan, massa, volume, kapasitas pemanasan, dan konduktivitas pemanasan (Anthony, 2001).

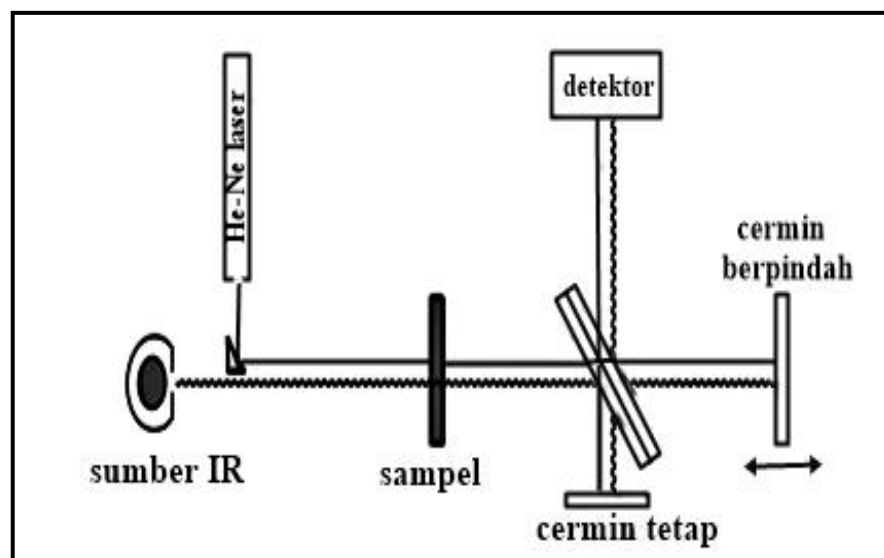
2. FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

Spektrofometri inframerah (IR) merupakan salah satu instrumen yang dapat digunakan untuk menganalisa senyawa kimia. Spektra inframerah suatu senyawa dapat memberikan gambaran mengenai struktur molekul senyawa tersebut. Spektra IR dapat dihasilkan dengan mengukur absorpsi radiasi, refleksi atau emisi di daerah IR. Daerah inframerah pada spektrum gelombang elektromagnetik mencakup bilangan gelombang 14.000 cm^{-1} hingga 10 cm^{-1} . Daerah inframerah sedang ($4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$) berkaitan dengan transisi energi vibrasi dari molekul yang memberikan informasi mengenai gugus-gugus fungsi dalam molekul tersebut. Daerah inframerah jauh ($400\text{-}100\text{ cm}^{-1}$) bermanfaat untuk menganalisis molekul yang mengandung atom-atom berat seperti senyawa anorganik, namun membutuhkan teknik khusus yang lebih spesifik untuk mendapatkan hasil yang lebih baik. Sedangkan daerah inframerah dekat ($12.500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$) peka terhadap vibrasi *overtone*. Pancaran inframerah pada umumnya mengacu pada bagian spektrum elektromagnetik yang terletak di antara daerah tampak dan daerah gelombang mikro. Sebagian besar kegunaannya hanya terbatas di daerah 4000 cm^{-1} dan 666 cm^{-1} ($2,5\text{-}15,0\text{ }\mu\text{m}$) (Schechter, 1997).

Salah satu hasil kemajuan instrumentasi IR adalah pemrosesan data seperti *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Teknik ini memberikan informasi dalam hal kimia, seperti struktur dan konformasional pada polimer dan polipaduan, serta perubahan induksi tekanan dan reaksi kimia. Dalam teknik ini, padatan dianalisis dengan cara merefleksikan sinar inframerah (IR) yang melalui tempat kristal

sehingga terjadi kontak dengan permukaan cuplikan. Sensitivitas FTIR adalah 80-200 kali lebih tinggi dari instrumentasi dispersi standar karena resolusinya lebih tinggi (Kroschwitz, 1990). Teknik pengoperasian FTIR berbeda dengan spektrofotometer inframerah. Pada FTIR digunakan suatu interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator yang terletak di depan monokromator. Interferometer ini akan memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram (Bassler, 1986).

Interferogram juga memberikan informasi yang berdasarkan pada intensitas spektrum dari setiap frekuensi. Informasi yang keluar dari detektor diubah secara digital dalam komputer dan ditransformasikan sebagai domain, tiap-tiap satuan frekuensi dipilih dari interferogram yang lengkap (*fourier transform*). Kemudian sinyal itu diubah menjadi spektrum sederhana. Spektroskopi FTIR digunakan untuk mendeteksi sinyal lemah, menganalisis sampel dengan konsentrasi rendah, menganalisis vibrasi molekul (Silverstain, 1967).



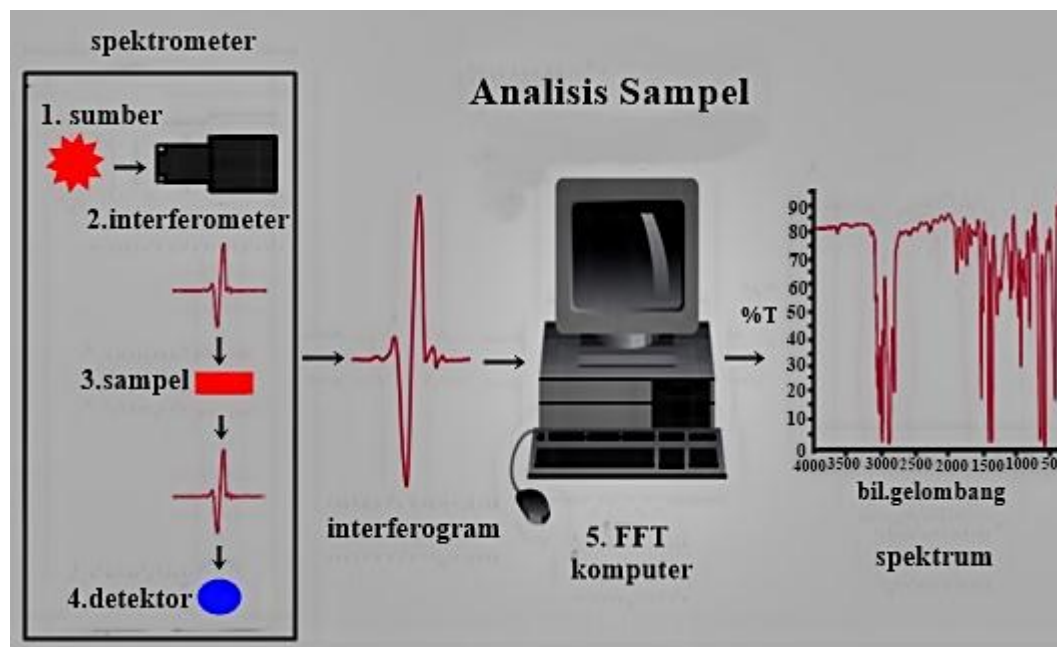
Gambar 2.4. Diagram interferometer Michelson FTIR (Silverstain, 1967).

FTIR terdiri dari 5 bagian utama yaitu:

1. Sumber sinar, yang terbuat dari filamen Nerst atau global yang dipanaskan menggunakan listrik hingga temperatur 1000-1800°C.
2. *Beam splitter*, yang berupa material transparan dengan indeks relatif sehingga menghasilkan 50% radiasi yang akan direfleksikan dan 50% radiasi yang akan diteruskan.
3. Interferometer, yang merupakan bagian utama dari FTIR. Interferometer berfungsi untuk membentuk interferogram yang akan diteruskan menuju detektor.
4. Daerah cuplikan, dimana berkas acuan dan cuplikan masuk ke dalam daerah cuplikan dan masing-masing menembus sel acuan dan cuplikan secara bersesuaian.
5. Detektor, yang merupakan piranti untuk mengukur energi pancaran yang lewat akibat panas yang dihasilkan. Detektor yang sering digunakan pada FTIR adalah termokopel dan balometer (Griffiths, 1975).

Komponen FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) adalah salah satu metode karakterisasi yang berdasarkan interaksi sinar inframerah dengan materi yang meliputi absorpsi, emisi, dan *fluoresensi*. Cara kerja FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) adalah dengan mengemisikan sinar inframerah dari sumber bergerak melalui celah sempit untuk mengontrol jumlah energi yang akan diberikan ke sampel. Saat berkas laser dipancarkan memasuki ruang sampel, maka berkas akan diteruskan atau dipantulkan oleh permukaan sampel tergantung dari besarnya

energi yang diserap, sampai berkas akhirnya sampai ke detektor. Pada FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), sering digunakan detektor *Mercury Cadmium Telluride* (MCT) atau *Tetra Glycerine Sulphate* (TGS) (Giwangkara, 2006).



Gambar 2.5. Skema analisis FTIR (Griffiths, 1975).

3. XRD (*X-Ray Diffraction*)

XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit maupun non kristalit yang terkandung dalam suatu bahan dengan memanfaatkan gelombang elektromagnetik dari sinar-X. Sinar-X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm C. Rontgen pada tahun 1895 dari Universitas Wozzburg Jerman. Penemuan ini berawal dari pemberian beda potensial antara katoda dan anoda hingga beberapa kilovolt pada tabung sinar-X. Perbedaan potensial yang besar ini mampu menimbulkan arus elektron sehingga elektron-elektron yang dipancarkan akibat pemanasan filamen akan dipercepat menuju target dalam sebuah tabung hampa udara (Hoxter, 1982). Sinar-X

merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang pendek. Hal ini dipertegas dengan penelitian Friedrich dan Knipping pada tahun 1912, yang mengemukakan bahwa panjang gelombang sinar-X sama dengan sinar ultraviolet yang merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang pendek. Interaksi dengan materi terjadi bila sinar-X ditembakkan pada suatu bahan. Sinar-X yang ditembakkan mempunyai energi yang lebih tinggi sehingga mampu mengeksitasi elektron-elektron dalam atom sasaran (Plaats, 1952).

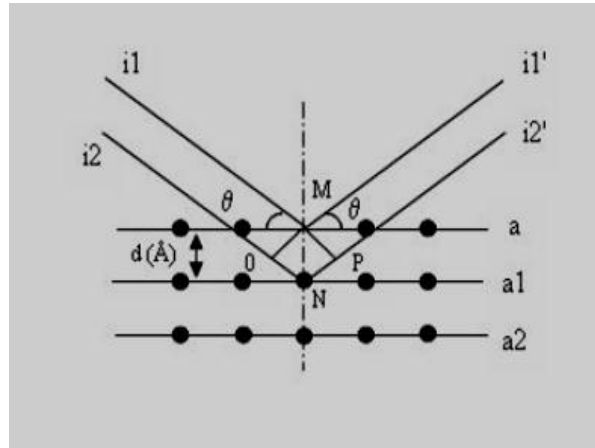
Instrumen XRD terdiri dari tiga komponen dasar yaitu sumber sinar-X (*X-Ray source*) material contoh yang diuji (*specimen*), detektor sinar-X (*X-ray detector*) (Sartono, 2006). Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV–1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5–2,5 Å. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal, menjadikan sinar-X menjadi salah satu teknik dalam analisa mineral (Suryanarayana dan Norton, 1998).

Elektron-elektron pada atom akan membiaskan berkas bidang yang tersusun secara periodik. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang atom paralel a dan a_1 terpisah oleh jarak d . Dua berkas sinar-X i_1 dan i_2 bersifat paralel, monokromatik dan koheren dengan panjang gelombang λ datang pada bidang dengan sudut θ . Kedua berkas sinar tersebut berturut-turut terdifraksi oleh M dan N menjadi i_1' dan i_2' yang masing-masing membentuk sudut θ terhadap bidang dan bersifat paralel monokromatik dan koheren. Perbedaan panjang antara i_1 –M–

i_1' dengan i_2-N-i_2' adalah sama dengan n kali panjang gelombang, maka persamaan difraksi dapat dituliskan sebagai berikut:

$$n\lambda = ON+NP$$

$$n\lambda = d \sin\theta+d \sin\theta =2d \sin\theta \quad (2.1)$$



Gambar 2.6. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang (Ismunandar, 2006).

Persamaan (1) dikenal sebagai hukum Bragg, dengan n adalah bilangan refleksi yang bernilai bulat (1, 2, 3, 4, . . .). Karena nilai $\sin \theta$ tidak melebihi 1 maka pengamatan berada pada interval $0 < \theta < \pi/2, < 1$ (2.2)

Difraksi untuk nilai n terkecil ($n = 1$), persamaan tersebut dapat diubah menjadi

$$\lambda < 2d \quad (2.3)$$

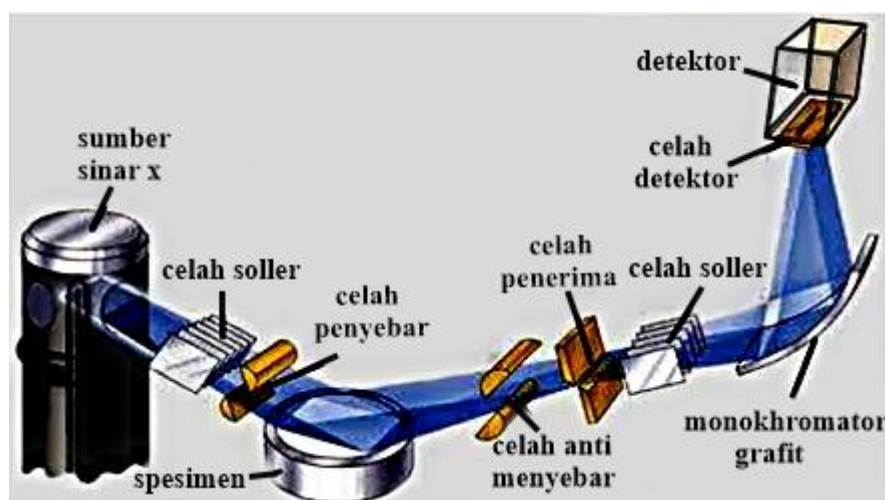
Persamaan (2.3) menjelaskan bahwa panjang gelombang sinar-X yang digunakan untuk menentukan struktur kristal harus lebih kecil dari jarak antar atom (Zakaria, 2003).

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material untuk menganalisis sifat-sifat struktur

(seperti *stress*, ukuran butir, fase komposisi, orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fase. Metode ini menggunakan sebuah sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah database internasional (Zakaria, 2003).

Untuk dapat menghasilkan sinar-X dengan baik, maka logam yang digunakan sebagai target harus memiliki titik leleh tinggi dengan nomor atom (Z yang tinggi agar tumbukan lebih efektif. Logam yang biasa digunakan target (anoda) adalah Cu, Cr, Fe, Co, Mo dan Ag. Sinar-X dapat pula terbentuk melalui proses perpindahan elektron suatu atom dari tingkat energi yang lebih tinggi ke tingkat energi yang lebih rendah. Adanya tingkat-tingkat energi dalam atom dapat digunakan untuk menerangkan terjadinya spektrum sinar-X dari suatu atom. Sinar-X yang melalui proses ini mempunyai energi yang sama dengan selisih energi antara kedua tingkat energi elektron tersebut. Karena setiap jenis atom tingkat-tingkat energi elektron yang berbeda-beda maka sinar-X yang terbentuk dari proses ini disebut karakteristik sinar-X. Karakteristik sinar-X terjadi karena elektron yang berada pada kulit terionisasi sehingga terpental keluar. Kekosongan kulit K ini segera diisi oleh elektron dari kulit diluarnya. Jika kekosongan pada kulit K diisi oleh elektron dari kulit L, maka akan dipancarkan karakteristik sinar-X K_{α} . Jika kekosongan itu diisi oleh elektron dari kulit M, maka akan dipancarkan karakteristik sinar-X K_{β} dan seterusnya (Beck, 1977).

Pada karakterisasi XRD, material uji (spesimen) dapat digunakan dalam bentuk bubuk (*powder*) dengan berat 1 mg. Sebelum sinar-X sampai ke detektor melalui proses optik. Sinar-X yang panjang gelombangnya λ dengan intensitas I mengalami refleksi dan menghasilkan sudut difraksi 2θ (Sartono, 2006). Jalannya sinar-X diawali dari sumber sinar-X yang akan melewati celah soller dan masuk ke celah penyebar, kemudian diteruskan menuju spesimen menuju celah anti penyebar, lalu masuk ke celah penerima, celah soller dan sampai ke detektor.



Gambar 2.7. Difraktometer (Warren, 1969).

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-X serbuk (*X-ray powder diffraction*). Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki ukuran kecil dengan diameter butiran kristalnya 10^{-7} – 10^{-4} m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi dan dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu). Sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg.

Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

dengan:

n : orde difraksi (1,2,3,...)

λ : Panjang gelombang

d : Jarak kisi

θ : Sudut difraksi

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron dengan detektor dalam sudut 2θ per menit, sehingga sumbu x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan dipengaruhi pula oleh distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, 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, 1969).

Kuantitas sinar-X juga ditentukan oleh jumlah elektron persatuan waktu dari katoda ke anoda yang mencapai atom target dan dinamakan sebagai kuat arus tabung. Dengan menaikkan arus tabung dapat meningkatkan jumlah elektron yang tertumbuk ke anoda sehingga jumlah foton sinar-X yang dihasilkan akan semakin banyak. Intensitas sinar-X yang terbentuk sebanding dengan besarnya arus tabung. Pada XRD, sinar-X yang dibiaskan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi (Culity, 1978).

4. SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 sampai 3.000.000 kali, dan resolusi sebesar 1 hingga 10 nm. Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. Analisis SEM bermanfaat untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) benda padat. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan, disebut *electron gun*. Sebuah ruang vakum diperlukan untuk preparasi cuplikan. Cara kerja SEM adalah gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* yang diberi

energi berperan menyediakan medan magnet bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor *back scatter*. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas di permukaan *Cathode Ray Tube* (CRT) sebagai topografi gambar (Kroschwitz, 1990).

Pada sistem ini berkas elektron dikonsentrasikan pada spesimen, bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar. Cuplikan yang akan dianalisis dalam kolom SEM perlu dipersiapkan dahulu, walaupun telah ada jenis SEM yang tidak memerlukan pelapisan (coating) cuplikan. Terdapat tiga tahap persiapan cuplikan, antara lain (Gedde, 1995):

1. Menyiapkan pelet untuk pengujian. Seluruh kandungan air, larutan dan semua benda yang dapat menguap apabila divakum, dibersihkan.
2. Cuplikan dikeringkan pada 60°C minimal 1 jam.
3. Cuplikan non logam harus dilapisi dengan emas tipis. Cuplikan logam dapat langsung dimasukkan dalam ruang cuplikan.

Untuk mengenali jenis atom dipermukaan yang mengandung multi atom para peneliti lebih banyak menggunakan teknik EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*). Sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan ini, namun tidak semua SEM punya fitur ini. EDS dihasilkan dari sinar-X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Maka setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDS kita

juga bisa membuat *elemental mapping* (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing elemen di permukaan bahan. EDS bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing-masing elemen (Vida *et al*, 2004)

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2016 sampai dengan April 2016. Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material dan Kimia Dasar FMIPA Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: panci, sikat, kompor, oven, ayakan, pipet tetes, spatula, blender, mortar dan pastel, gelas ukur, labu erlenmeyer, *ballmill*, wadah sampel, aluminium foil, plastik press, *furnace*, DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*), FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*). Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*), aquades, H₂SO₄, alkohol 96 %, dan CaCO₃ Merck.

C. Prosedur Penelitian

Dalam penelitian ini, terdapat beberapa langkah penelitian yang dilakukan yaitu mempreparasi bahan dasar cangkang kerang simping (*Amusium pleuronectes*) yang kemudian dikalsinasi pada suhu 500°C, 800°C, dan 1000°C. Langkah selanjutnya yaitu mengkarakterisasi sampel dengan pembandingan CaCO₃ komersial sebelum dan sesudah kalsinasi. Karakterisasi sampel yang dilakukan meliputi analisis DTA/TG untuk mengetahui sifat thermal, perubahan fase, dan stabilitas sampel. Selain itu juga dilakukan analisis FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, XRD untuk mengidentifikasi struktur kristalit maupun non kristalit yang terkandung pada sampel, serta analisis SEM-EDX untuk mengetahui mikrostruktur sampel.

1. Preparasi Bahan Dasar

Preparasi bahan dasar kerang simping (*Amusium pleuronectes*) yang dilakukan pada penelitian ini meliputi:

- a. Pembersihan cangkang kerang simping menggunakan air secara berulang-ulang hingga cangkang kerang benar-benar bersih dari kotoran.
- b. Merebus cangkang kerang simping selama 5 jam.
- c. Mengeringkan cangkang kerang simping dalam oven dengan suhu 100°C selama 3 jam.
- d. Membuat larutan H₂SO₄ dengan komposisi 5 : 95 (5% H₂SO₄ dan 95% aquades) lalu merendam cangkang kerang simping menggunakan larutan H₂SO₄.

- e. Cangkang kerang yang sudah direndam dengan larutan H_2SO_4 kemudian disikat agar cangkang kerang benar-benar bebas dari berbagai zat pengotor.
- f. Membilas cangkang kerang dengan air hingga bersih.
- g. Mengeringkan cangkang kerang simping yang telah dibersihkan dalam oven dengan suhu 120°C selama 3 jam.
- h. Menghaluskan cangkang kerang simping menggunakan blender.
- i. Menghaluskan serbuk cangkang kerang simping yang telah diblender menggunakan mortar dan pastel selama 3 jam.
- j. Cangkang kerang simping selanjutnya di *ball mill* dengan menggunakan alkohol 96% selama 2 jam untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil.

2. Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnace*. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan komposisi yang tidak diperlukan yang masih terkandung pada sampel. Sampel yang telah dipreparasi sebelumnya dimasukkan ke dalam *furnace*, kemudian *furnace* dihubungkan dengan jaringan listrik dan diatur suhu kalsinasinya. Serbuk sampel yang telah melalui proses preparasi dan CaCO_3 komersial dikalsinasi dengan suhu 500°C , 800°C , dan 1000°C dengan waktu penahanan (*holding time*) selama 3 jam. Setelah proses kalsinasi selesai, *furnace* dimatikan dan sampel dikeluarkan dari *furnace*.

3. Karakterisasi

Karakterisasi sampel yang dilakukan meliputi analisis DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*), FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*). Karakterisasi dilakukan melalui dua tahap, yaitu:

1. Karakterisasi serbuk kalsium karbonat (CaCO_3) yang diperoleh dari cangkang kerang simping dan pembanding CaCO_3 komersial yang belum dikalsinasi dengan DTA/TG, FTIR, XRD, dan SEM-EDX.
2. Karakterisasi serbuk kalsium karbonat (CaCO_3) yang diperoleh dari cangkang kerang simping dan pembanding CaCO_3 komersial yang sudah dikalsinasi pada suhu 500°C , 800°C , dan 1000°C dengan DTA/TG, FTIR, XRD, dan SEM-EDX.

a. DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*)

Karakterisasi DTA/TG (*Differential Thermal Analysis/Thermogravimetric Analysis*) dilakukan untuk mengetahui sifat thermal, perubahan fase, dan stabilitas sampel. Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam proses karakterisasi DTA/TG ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan cawan platina kosong yang digunakan untuk sampel referensi dan memasukkan serbuk kalsium karbonat (CaCO_3) ke dalam cawan platina sebagai sampel yang akan diuji.

2. Kedua cawan platina kemudian diletakkan dalam posisi vertikal pada sampel holder dengan memutar posisi *furnace* ke arah sampel holder.
3. Mengatur temperatur awal, $T_{start} = 50^{\circ}\text{C}$, $T_{pengukuran} = 1100^{\circ}\text{C}$ heating read (kenaikan suhu = $3^{\circ}\text{C}/\text{menit}$).
4. Kemudian tekan tombol *furnace* sehingga berada pada posisi “ON”. Untuk pemanasan akan bekerja sesuai dengan program yang telah diatur. Pada saat ini, grafik pada monitor akan terlihat dan dapat diamati sampai temperatur $T_{pengukuran}$ tercapai.
5. Setelah temperatur $T_{pengukuran}$ tercapai, maka tekan tombol power *furnace* sehingga berada pada posisi “OFF” dan print hasil pengukuran yang diperoleh.

b. FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsional kalsium karbonat (CaCO_3) berdasarkan interaksi sinar inframerah terhadap sampel. Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam proses karakterisasi FTIR ini adalah sebagai berikut:

1. Menghaluskan kristal KBr murni dengan menggunakan mortar dan pastel.
2. Menimbang KBr yang sudah diayak dan dihaluskan sebelumnya menggunakan mortar dan pastel sebanyak $\pm 0,1$ gr.
3. Kemudian menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.

4. Mencampur KBr dan sampel ke dalam mortar dan pastel kemudian diaduk sampai tercampur rata.
5. Menyiapkan cetakan *pellet*.
6. Mencuci bagian sampel, *base*, dan tablet *frame* dengan kloroform.
7. Kemudian memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
8. Hubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
9. Meletakkan cetakan pada pompa hidrolis lalu beri tekanan ± 8 gauge, kemudian menghidupkan pompa vakum selama 15 menit.
10. Setelah 15 menit, matikan pompa vakum kemudian buka keran udara untuk menurunkan tekanan dalam cetakan.
11. Setelah itu, lepaskan *pellet* KBr yang sudah terbentuk
12. Meletakkan *pellet* KBr pada tablet *holder*.
13. Menghidupkan alat dengan menghubungkan alat ke sumber listrik, alat interferometer, dan komputer.
14. Mengklik “*shortcut FTIR 8400*” pada layar komputer yang menandakan program interferometer.
15. Kemudian sampel ditempatkan pada alat interferometer, lalu klik FTIR 8400 pada komputer dan isi data file.
16. Langkah selanjutnya adalah mengklik “*sample start*” untuk memulai proses analisis.
17. Untuk memunculkan harga bilangan gelombang klik “*clac*” pada menu, kemudian klik “*peak table*” lalu klik “OK”.

18. Setelah proses ini selesai, matikan komputer, alat interferometer dan sumber listrik.

c. XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristalit maupun non kristalit yang terkandung pada sampel kalsium karbonat (CaCO_3). Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam proses karakterisasi XRD ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan diuji dan merekatkannya pada kaca.
2. Kemudian pasang pada tempatnya yang berupa lempengan tipis berbentuk persegi panjang (*sample holder*) dengan menggunakan lilin perekat.
3. Setelah itu, pasang sampel yang telah disimpan pada *sample holder*.
4. kemudian letakkan pada bagian *sample stand* dibagian *goniometer*.
5. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol yang meliputi *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan lalu beri nama cuplikan dan nomor urut file data.
6. Mengoperasikan difraktometer dengan perintah “Start” pada menu komputer. Sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang $1,5406 \text{ \AA}$.
7. Pada komputer akan terlihat hasil difraksi dan intensitas difraksi pada sudut 2θ .

8. Mencetak data yang terekam meliputi besar sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t) dengan mesin printer.
9. Kemudian data yang diperoleh melalui analisis secara kualitatif dibandingkan dengan data standard (*data base PDF*) atau yang dikenal dengan *Power Diffraction File data base*.

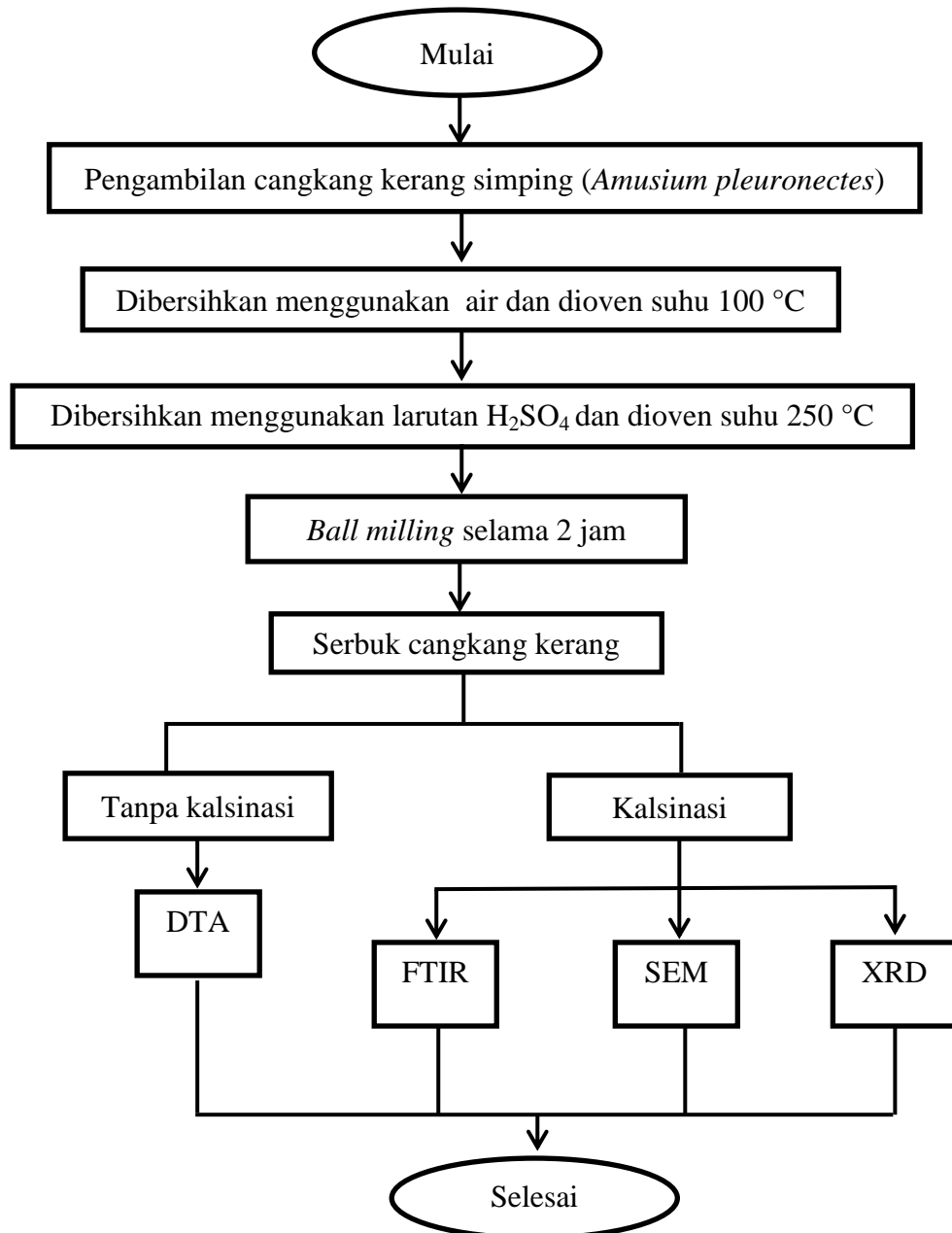
d. SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*)

Karakterisasi SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*) dilakukan untuk mengetahui karakteristik mikrostruktur sampel kalsium karbonat (CaCO_3). Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam proses karakterisasi SEM-EDX ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan diuji dan merekatkannya pada *specimen holder*.
2. Memasukkan sampel ke dalam *vacuum column*, untuk menciptakan kondisi vakum agar tidak ada molekul gas yang mengganggu jalannya elektron selama proses karakterisasi berlangsung.
3. Memasukkan sampel ke dalam *specimen chamber*, kemudian amati dan ambil gambar pada layar SEM dengan mengatur perbesaran yang diinginkan. Kemudian pilih spot yang diinginkan untuk dianalisis.
4. Ketika elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor.

D. Diagram Alir

Prosedur penelitian dapat dijelaskan melalui diagram alir pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Pada uji DTA, puncak endotermik cangkang kerang simping lebih cepat terbentuk daripada serbuk kalsium karbonat komersil dengan selisih suhu pembentukan endotermik sebesar 35 °C. Sedangkan pada uji TGA, penyusutan massa sampel cangkang kerang simping lebih sedikit dibandingkan dengan kalsium karbonat komersil dengan selisih penyusutan massa sebesar 0,86 %.
2. Hasil analisis XRD sebelum dikalsinasi pada cangkang kerang simping mengandung kalsium karbonat dengan fasa aragonit, sedangkan pada kalsium karbonat komersil memiliki fasa kalsit. Setelah kalsinasi pada suhu tinggi yaitu suhu 800 °C dan 1000 °C pada cangkang kerang simping dan serbuk kalsium karbonat muncul dua fasa yaitu fasa kalsium oksida dan kalsium hidroksida.
3. Hasil analisis FTIR sebelum dikalsinasi pada cangkang kerang simping menunjukkan gugus karbonat fasa aragonit, sedangkan pada kalsium karbonat komersil berfasa kalsit. Setelah dikalsinasi pada suhu 800 °C dan 1000 °C pada

cangkang kerang simping dan kalsium karbonat komersil menunjukkan gugus O-H, C-H dan Ca-O.

4. Hasil analisis SEM pada cangkang kerang simping sebelum kalsinasi menunjukkan bentuk *rod-like*, sedangkan pada kalsium karbonat komersil menunjukkan bentuk *cube-like*. Setelah dikalsinasi pada suhu 800 °C dan 1000 °C cangkang kerang simping dan kalsium karbonat komersil mengalami perubahan ukuran partikel.
5. Hasil analisis EDS sebelum kalsinasi pada cangkang kerang simping dan kalsium karbonat komersil menunjukkan kandungan terbesar adalah unsur Ca. Pada cangkang kerang simping terdapat pula unsur lain berupa C, O, Na, Mg, Ca, dan Fe. Sedangkan pada kalsium karbonat komersil terdapat unsur lain seperti Sr dan Al. Setelah proses kalsinasi, muncul senyawa CaO dalam persentase yang cukup tinggi yaitu 90%.

B. Saran

Pada penelitian selanjutnya, diharapkan lebih berhati-hati dalam memperlakukan sampel setelah proses kalsinasi. Sampel harus ditempatkan pada wadah yang kedap udara sehingga sampel tidak terkontaminasi dengan udara dan membentuk senyawa lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Allan, J. 1962. *Australian Shells with related animals living in the sea, in freshwater and on the land*. Georgian House Melbourne. pp 286-289.
- Anthony, R. 2001. *Basic Solid State Chemistry*, 2nd Edition. London: John Wiley and Sons, Inc. pp. 203-210.
- Armando, A. W. 2013. Pemanfaatan Limbah Kulit Kerang Samping menjadi Elemen Estetika Bangunan. *Artikel Ilmiah*. Universitas Brawijaya. Malang.
- Baghbani, F., Moztafzadeh, F., Gafari, N.A., Razavi, K.A.H., Tondnevis. 2012. Biological response of biphasic hydroxyapatite/tricalcium phosphate scaffolds intended for low load-bearing orthopedic applications. *Advanced Composites Letters* No.21. pp 16-24.
- Bahanan, Ridho. 2010. Pengaruh waktu sonokimia terhadap ukuran kristal kalsium karbonat (CaCO₃). Skripsi fakultas sains dan teknologi UIN Syarif Hidayatullah: Jakarta.
- Bassler, G. C. 1986. *Penyidikan Spektrometri Senyawa Organik edisi keempat*, Jakarta: Erlangga.
- Beck. 1977. *Principles of scanning Electron Microscopy*. Jeol Hightech co., Ltd. Jepang.
- Boretos, J. W., Eden, M. 1984. Contemporary Biomaterials, Material and Host Response, Clinical Applications. *Journal New Technology and Legal Aspects*. Noyes Publications, Park Ridge. New Jersey. pp 232–233.
- Carpenter, K. E. and Niem V. H. 2002. The Living Marine Resources Of The Western Central Atlantic. *Journal Food And Agriculture Organization Of The United Nations* Vol.1. pp 25-92.
- Chen J., Xiang L., 2009, *Controllable synthesis of calcium carbonate polymorphs at different temperatures*, *Powder Technology*. 189: pp. 64 – 69.

- CRMP. 1998. Profil Perikanan Tangkap Propinsi Lampung. Technical Report CRMP Lampung. Bandar Lampung.
- Culity, B. D. 1978. *Elements of X-rays Diffraction, Second edition*. USA: Adison-Wesley Publishing Company Inc.
- De Jong, W. F. 1926. Le substance minerale dans le os. No.45. pp 445-450.
- Dharmaraj S, Shanmugasundaram K. and Suja, C.P. 2004. Larva rearing and spat production of the windowpane shell *Placuna placenta*. Central Marine Fisheries Research Institute, Tuticorin Research Centre, India. *Journal Aquaculture Asia* Vol. IX, No. 2. pp 20-28.
- DJPT. 2011. Statistik Perikanan Tangkap Indonesia 2010. Direktorat Jendral Perikanan Tangkap. Kementerian Kelautan dan Perikanan. Jakarta.
- Gedde, U. W. 1995, *Polymer Physics*. London: Chapman and Hall.
- Ghaffari, M., Moztarzadeh, F., Sepahvandi, A., Mozafari, M and Fagihi, S. 2013. How bone marrow-derived human mesenchymal stem cells respond to poorly crystalline apatite coated orthopedic and dental titanium implants. *Journal of Ceramics International* No.3. pp 7793-7802.
- Giwangkara, S. E. G., 2006, Aplikasi Logika Syaraf Fuzzy Pada Analisis Sidik Jari Minyak Bumi Menggunakan Spetrofotometer Infra Merah-Transformasi Fourier (FTIR). Sekolah Tinggi Energi dan Mineral, Cepu - Jawa Tengah.
- Grandos, M.L., M.D.Z., Alonzo, D.M., Marizcal, R., Galisteo, F.C., Moreno-Tost, R., Santamaria, J., dan fierro, J.L.G. 2007. Biodiesel from Sunflower Oil Using Activated Calcium Oxide. *Journal Application Catalys Environment* Vol 2. No.73.Pp 317-326.
- Griffiths, P. R. 1975. *Chemical Infrared Fourier Transform*. Toronto: John Willey & SMS.
- Habe, T. 1964. Notes on the species of the genus *Amusium* (Mollusca). *Bulletin National Science* Vol 7, No. 1. pp 1-5.
- Han, Y.S., Hadiko, G., Fuji, M., Takahashi, M., 2005 Pengaruh Alir dan CO₂ Konten pada Tahap dan Morfologi CaCO₃ Disiapkan dengan Metode Bubbling. *Journal of Crystal Growth* Vol 1. No.276, pp. 541-548.
- Hariharan, M., Varghese, N., Cherian, Dr.A.B., Sreenivasan, Dr.P.V., Paul, J., and Antony, A. 2014. Synthesis and Characterisation of CaCO₃

(Calcite) Nano Particles from Cockle Shells using Chitosan as Precursor. *Scientific and Research Publications*. Vol.4. Pp: 1-5.

- Helfinalis. 2000. Pola Distribusi Sedimen Suspensi Abrasi dan Prediksi Pergerakan Pasang-Surut di Perairan dan Pantai Teluk Lampung. LIPI. Jakarta
- Helm, M. M., Bourne, N., and Lovatelli, A. 2004. *Hatchery Culture of Bivalves: A Practical Manual*. FAO Fisheries Technical Paper No. 471. Rome, Italy. 200. pp 156-171.
- Hoque, Md.E., Shehryar, M., and Islam, K.Md.N. 2013. Processing and Characterization of Cockle Shell Calcium Carrbonate (CaCO_3) Bioceramic for Potential Application in Bone Tissue Engineering. *Journal Material Science & Engineering*. Vol.2. Pp: 1-5.
- Hoxter, Erwin. 1982. *Practical radiography: Principles, applications*. New York: John Wiley & Sons Ltd.
- Husaini dan Hadipurnomo, 1992. *Percontohan Pembuatan Kapur Ringan dengan menggunakan Sistem Penggelembungan*. Pusat Pengembangan Teknologi Mineral.
- Islam, Kh.N., Zuki, Md., Noordin, M.M., Zobir, M., Rahman, N.S.B.A., and Ali, Md.E. 2011. Characterisation of Calcium Carbonate and its Polymorphs from Cockle Shells (*Anadara granosa*). *Powder Technology*. Vol. 213. Pp: 188-191.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam :Struktur, Sintesis Dan Sifat- Sifatnya*. ITB, Bandung.
- Kay, M. I., Young, R. A., Posner, A. S. 1964. *Crystal structure of hydroxyapatit*. Pp 1050-1052.
- Kroschwitz, J. 1990. *Polymer Characterization and Analysis*. Canada: John Wiley and Sons, Inc.
- Larry, L. H. 1992. *Bioceramics: Research and Development Opportunities*. Advanced Materials Research Center. *Brazilian Journal of Physics*, vol. 22, No. 2. pp 70-84.
- Linga, Raju., Narasimhulu, K. V., Gopal, N. O., Rao, J. L and Reddy, B. C. V. 2003. Structural studies of marine exoskeletons: redox mechanisms observed in the Cu-supported CaCO_3 surfaces studied by EPR. *Spectrochemical Acta Part A*. No.59, pp 2955-2965.

- Meejo, S . 2004. Electron Spin Resonance Studies of Mn²⁺ in Freshwater Snail Shells : S.Ingalsiana, P.Ampullacea, P.Canaliculata Lamarck and Fossilized Snail Shell. *Journal of Modern Physiscs* . World Scientific Publishing Company.
- Nakatani, N., Takamori, H.,Takeda, K.,Sakugawa, H., 2009. Transesterification of Soybean Oil using Combusted Oyster Shell Waste as a Catalyst. *Journal Bioresource Technology* Vol.1 No.100. Pp1510-1511.
- Nan, Z., 2008. A novel morphology of aragonite and an abnormal polymorph transformation from calcite to aragonite with PAM and CTAB as additives. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol.1, No.317. Pp. 77–82.
- Niinomi, M. 2002. Recent Metallic Materials for Biomedical Applications. *Metal Material Transaction* No. 33. pp 477-486.
- Othmer, D. F., Kirk, R. E. 1965. *Inorganic Process industries*. New York: The Macmillan Company. pp 107-115.
- Patnaik, P. 2001. *Handbook of Inorganic Chemicals*. USA: MCGraw-Hill.
- Pattanayak, D.K., Divya, P., Upadhyay, S., Prasad, R.C., Rao, B.T. dan Mohan, T.R.R. 2005. Synthesis and Evaluation of Hydroxyapatite Ceramic. *Journal Trends Biomaterial Artificial Organs*, Vol. 18 No. 2
- Pipih, S., Yanuarizki O., dan Nurjanah. 2013. Aktivitas Antioksidan dan Komponen Bioaktif Kerang Simping (*Amusium pleuronectes*). *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. Vol 16, No 3. Hal 242-248.
- Plaats, G. J Van Der. 1952. Prinzipien, Technik und medizinische Anwendung der radiologischen Vergroberungs technik. *Fortschr.* pp 605-610.
- Qoniah, I., dan Prasetyoko, D. 2011. Penggunaan Cangkang Bekicot Sebagai Katalis Untuk Reaksi Transesterifikasi Refined Palm Oil. *Prosiding Skripsi*.
- Rashidi, N.A., Mohamed, M., and Yusup, S. 2012. The Kinetic Model of Calcination and Carbonation of Anadara Granosa. *International Journal of Renewable Energy Research*. Vol. 2, No. 3. Pp. 497-503.
- Ravi, Kumar. 2000. A review of Chitin and Chitosan Applications. *Reactive and Functional Polymers* Vol. 46, No.1. pp. 1-2.

- Redfern, S.A.J., Salji, E., and Navrotsky, A. 1989 High-temperature enthalpy at the orientational order/disorder transition in calcite: Implications of the calcite/ aragonite phase equilibrium. *Journal of Contributions to Mineralogy and Petrology*, Vol.1, No.101. Pp.479–484.
- Robinson, J. W., Eillen, M. S. F and George, M. F. 2005. *Undergraduate Instrument Analysis sixth Edition*. New York: Marcell Dekker Inc.
- Ruiz, M.G., Hernandez, J.m Banos, L.,Montes, J.N., and Gracia, M.E.R. 2009. Characterization of Calcium Carbonate, Calcium Oxide, and Calcium Hydroxide as Starting Point to the Improvement of Lime for Their Use in Construction. *Journal of Material in Civil England* Vol2. No.100. Pp. 694-698.
- Rujitanapanich, S., Kumpapan, P., and Wanjanoi, P. 2014. Synthesis of Hydroxyapatite from Oyster Shell Via Precipitation. *Energy Procedia*. Vol: 56. Pp: 112-117.
- Sartono, A. A. 2006. Difraksi sinar-X (XRD). *Tugas Akhir Matakuliah proyek Laboratorium*. Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia.
- Schechter, I., Barzilai, I.L and Bulatov, V. 1997. Online Remote Prediction of Gasoline Properties by Combined Optical Method, *Analytical Chemical Acta*, 339. pp 193-199.
- Shriver, D. F. and Atkins, P. W. 2006. *Inorganic Chemistry, 4th edition*. Oxford: Oxford University Press. pp 189-190.
- Shumway, S. E and G. J. Parsons. 2006. *Scallop: Biology, Ecology and Aquaculture Second Edition*. Elsevier. pp 1439.
- Silverstein, R. M., dan Bassler, G. C. 1967. *Spectrometric Identification of Organic Compounds, Second Edition*. New York: John Wiley and Sons, Inc.
- Smallman R.E. R.J.Bishop. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Jakarta : Erlangga
- Spanos N., Koutsoukos P.G., 1998, Kinetics of precipitation of calcium carbonate in alkaline pH at constant supersaturation. Spontaneous and seeded growth, *Journal Physic Chemical*. Vol.1 No. 102. Pp. 6679 – 6684.
- Suryanarayana, C and Norton, M.G. 1998. *X-Ray Diffraction: A Practical Approach* Plenum Publishing Corporation, New York.

- Swennen, C. R. D. 2001. The Molluscs of The Southern Gulf of Thailand. *Thai Studies in Biodiversity*. Bangkok, Thailand. No. 4. pp 141-148.
- Tang Y, Meng Mei, Zhang Jie, Lu Yong, 2011. Efficient Preparation of Biodiesel from Rapeseed Oil Over Modified CaO. *Journal of Applied energy* Vol 2 .No. 88. Pp.2735 – 2739.
- Tongchan, P., Prutipanlai, S., Niyomwas, S., and Thongraung, C. 2009. Effect of Calcium Compound Obtained from fish by-product on Calcium Metabolism in Rats. *Journal Food Agriculture-Industry*. Vol. 2, No. 4. pp 669-676.
- Tri, A.W., Ratnawati, Wibowo, B. A., Hutabarat, J. 2011. Pemanfaatan Cangkang Kerang Simping (*Amusium pleuronectes*) Sebagai Sumber Kalsium Pada Produk Ekstrudat. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. Vol XIV. No 2. Hal 134-142.
- Umbreit, M.H., and Jedrasiewicz, A. 2000. Application of Infrared Spectrophotometry to the Identification of Inorganic Substances in Dosage Forms of Antacida Group. *Acta Poloniae Pharmaceutica*. Vol: 57. No: 2. Pp: 83-91.
- Vida,S., Jumate, N., Chicinas, I. and Batin, G. 2004. Applications of scanning electron microscopy (SEM) in nanotechnology and nanoscience, Rome. *Journal Physics*. Vol. 49, No. 9-10. pp 955–965.
- Viriya, N., Krasae, P. 2009. Waste shells of Mollusk and Egg as Biodiesel Production Catalysts. *Journal Bioresource Technology*, Vol.1 No.101. Pp 3765 – 3767.
- Warren, B. E. 1969. X-ray diffraction. Massachusetts: Addison-Wesley Publication.
- Widowati, I., Suprijanto, I., Susilowati, T. W. Agustini and Raharjo, A. B. 2008. Small Scale Fisheries of The Asian Moon Scallop *Amusium pleuronectes* in the Brebes Coast, Central Java, Indonesia. ICES CM /K:08. pp 1-7.
- Williams, D. F. 1987. Review: Tissue-biomaterial interactions. *Journal Material Science* Vol. 22, No.10. pp. 3421- 3445.
- 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.

- Young, A. L. 1980. *Larval and Postlarval Development of the Window-Pane shell, Placuna placenta linnaeus with a Discussion on its Natural Settlement. The Velger* Vol 23. pp 141-148.
- Zakaria, 2003. *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewa Yogyakarta dengan Metode X-ray Diffraction* Skripsi. Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Haluoleo. Kendari.
- Zuhra, Husin. H., Hasfita, F., dan Rinaldi, W. 2015. Preparasi Katalis Abu Kulit Kerang Untuk Transesterifikasi Minyak Nyamplung Menjadi Biodiesel. *Journal Agritechnology*. Vol: 35. No: 1. Hal: 69-77