



PENGARUH WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK KRISTAL CaO DARI LIMBAH CANGKANG KEPITING

N. D. Malau^{1*}, S.F. Azzahra²

¹Program Studi Pendidikan Fisika, Universitas Kristen Indonesia

²Program Studi Pendidikan Kimia, Universitas Kristen Indonesia

Diterima: 01 Juni 2020 Direvisi: 07 Juni 2020 Diterbitkan : 01 Juli 2020

ABSTRACT

Crab is one of the commodities exported by Indonesia in the fisheries sector. Crab processing to be exported produces crab waste. Crab shells contain high calcium carbonate. With a large CaCO_3 content, crab shells can be used as a precursor of CaO in hydroxyapatite synthesis. CaO can be obtained by calcining calcium carbonate contained in the crab shell waste content. The calcination process is the process of decomposition of calcium carbonate (CaCO_3) compounds into calcium oxide compounds (CaO) through heating at high temperatures. In this study the calcination temperature used was 1000 °C while the calcination time was varied ie 6 hours and 10 hours. The results showed that the crab shell, which is a source of CaCO_3 , which was calcined at 1000 °C for 6 hours and 10 hours both produced CaO compounds. CaO compounds produced have a crystalline form and are not in the form of amorphous. This can be observed from the XRD diffraction pattern, which is seen many peaks with varying intensity values. The second crystal system of the sample is cubic. There was no significant difference in the pattern of XRD calcination results of 6 hours and 10 hours, the difference only lies in the value of the variation in intensity of the peaks that formed. So it can be concluded that calcination at a temperature of 1000 °C with a length of 6 hours and 10 hours produces CaO crystals with a crystal size at a maximum peak is around 10 Å.

Keywords: crab shell, calcination, crystal size, amorphous

PENDAHULUAN

Indonesia adalah negara kepulauan yang mempunyai wilayah laut yang luas. Laut yang luas tersebut memiliki potensi untuk memproduksi kepiting. Kepiting adalah salah satu komoditas yang diekspor Indonesia dalam sektor perikanan. Jumlahnya dari tahun ke tahun meningkat secara signifikan. Sekarang ini, untuk pasar Internasional, negara Indonesia merupakan negara pengekspor kepiting terbesar. Pada semester I tahun 2013 nilai ekspor kepiting

dari negara Indonesia telah mencapai US\$ 198,0 juta atau Rp 2,25 triliun. Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik (BPS), Sampai pada Juni 2014 ekspor produk kepiting dan rajungan yang dihasilkan sebesar 32.000 ton atau sekitar US\$ 331 juta. Ekspor terbesar yang dilakukan yaitu ditujukan ke China yaitu sebesar 12.500 ton atau sekitar US\$ 85 juta. Kemudian AS, sebesar 9.500 ton atau sekitar US\$172 juta. Kemudian kepada negara Jepang sebesar 2.200 ton atau sekitar US\$27 juta. Dan

*Correspondence Address

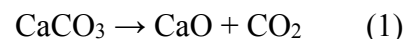
E-mail: malaunyadaniaty@gmail.com

terakhir pada negara Uni Eropa sebesar 2.200 ton atau sekitar US\$ 15,4 juta (kabarbisnis, 2014).

Kepiting yang diekspor adalah kepiting yang telah dibekukan. Pabrik pembekuan kepiting (*cold storage*), mengolah kepiting yang akan eksport dalam bentuk kepiting beku. Daging kepiting yang dibekukan adalah daging jumbo yang diperoleh dari daging paha, Daging lump yang diperoleh dari daging badan, dan daging capit yang diperoleh dari capit (Musbir dan Fachrudin, 2010). Pengolahan kepiting ini untuk menghasilkan daging kepiting beku yang akan diekspor menghasilkan limbah kepiting. Limbah kepiting sebagian besar merupakan kulit keras kepiting (cangkang) yakni sekitar 70-80% . Limbah ini biasanya akan dibuang atau biasa digunakan sebagai campuran pakan ternak, perasa pada pembuatan kerupuk, dan terasi. Jika keberadaan limbah ini tidak diatasi maka akan menyebabkan pencemaran lingkungan dan bisa membahayakan kesehatan. Hal ini dikarenakan limbah cangkang kepiting akan meningkatkan *biological oxygen demand* (BOD) dan *chemical oxygen demand* (COD) (Krissetiana, 2004). Berdasarkan kandungan cangkang kepiting, cangkang kulit kepiting mengandung protein (15,60% - 23,90%), kalsium karbonat (53,70% - 78,40%) dan kitin (18,70% - 32,20%) (Focher, dkk., 1992). Jumlah kandungan kalsium karbonat yang tinggi pada cangkang kepiting menjadi

potensi penggunaan limbah cangkang kepiting sebagai bahan dasar pembuatan hidroksiapatit yang bisa dimanfaatkan sebagai pengganti tulang ataupun gigi.

Selain terdapat pada cangkang kepiting, senyawa kalsium karbonat juga bisa ditemukan pada cangkang telur bebek (Malau & Adinugraha, 2020), cangkang telur burung puyuh (Malau & Adinugraha, 2020), tulang sapi (Rahmania, 2012), cangkang telur ayam ras dan ayam kampung (Tyas, 2014) dan cangkang kerang rangga (Balgies, dkk., 2011). Dengan kandungan CaCO_3 yang besar, cangkang kepiting dapat digunakan sebagai prekursor CaO pada sintesis hidroksiapatit. CaO dapat diperoleh dengan mengkalsinasi kalsium karbonat yang terdapat dalam kandungan limbah cangkang kepiting. Proses kalsinasi merupakan proses penguraian atau dekomposisi senyawa kalsium karbonat (CaCO_3) menjadi senyawa kalsium oksida (CaO) melalui pemanasan pada suhu tinggi (Watkinson, 2007). Adapun reaksi kimia pada proses kalsinasi yaitu :

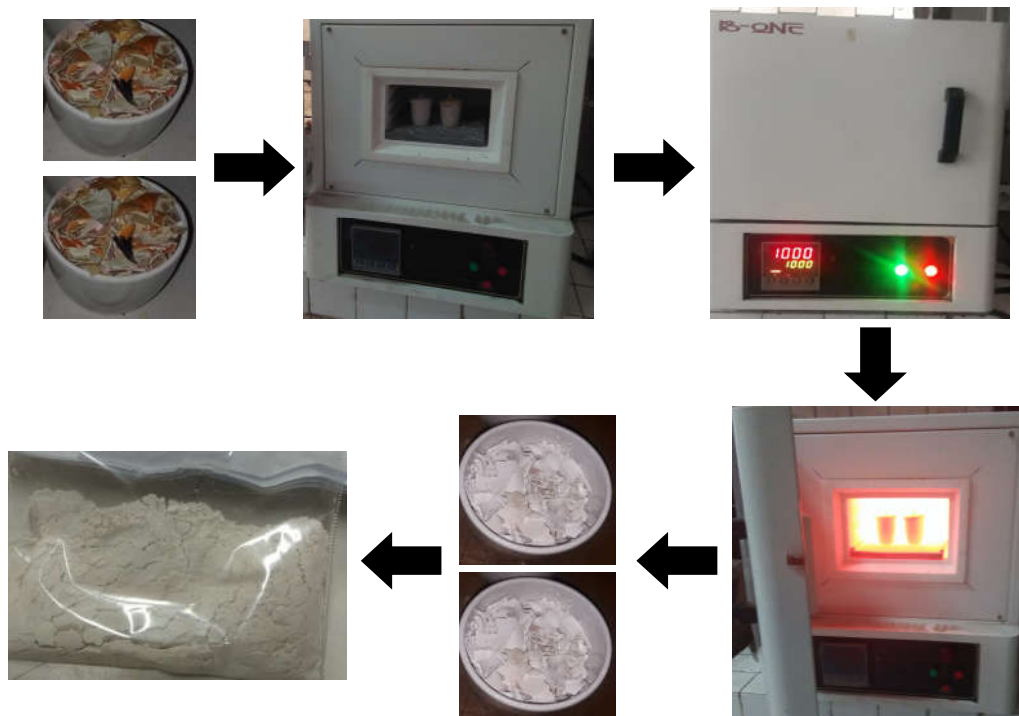


Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan kalsinasi pada sumber kalsium limbah cangkang telur bebek dan cangkang telur burung puyuh dengan memvariasikan suhu kalsinasi yaitu 700°C dan 1000°C masing-masing selama 6 jam dan diperoleh suhu kalsinasi paling optimal adalah pada suhu 1000°C (Malau & Adinugraha, 2020). Pada penelitian yang dilakukan oleh Afriani

dkk (2018) yaitu telah dilakukan kalsinasi pada sumber kalsium limbah cangkang kerang pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan variasi lama pemanasan yaitu 3, 5, 7, dan 9 jam, dan diperoleh kesimpulan terbentuknya kristal kalsium pada proses kalsinasi tergantung pada proses pemanasan yaitu pada suhu dan lama pemanasan. Semakin lama proses pemanasan maka semakin banyak dekomposisi CaCO_3 menjadi CaO . Sehingga pada penelitian ini akan dilakukan kalsinasi pada sumber kalsium yakni limbah cangkang kepiting untuk mencari waktu kalsinasi paling optimal dalam menghasilkan senyawa kalsium oksida (CaO) dengan karakteristik kristal terbaik.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dimulai dengan mengumpulkan limbah cangkang kepiting. Limbah cangkang kepiting yang digunakan diambil dari limbah masyarakat sekitar pasar Kramat Jati, Jakarta Timur. Setelah diperoleh kemudian ambil cangkang kepiting sekitar 0.5 kg, dan dibersihkan menggunakan aquades. Kemudian hancurkan menggunakan palu hingga menjadi serpihan kecil cangkang kepiting. Selanjutnya cangkang kepiting dikeringkan di bawah sinar matahari selama 1 hari. Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi. Proses kalsinasi dilakukan menggunakan tungku *Muffle Furnace* dengan suhu maksimalnya sampai suhu 1100°C .



Gambar 1. Proses kalsinasi pada suhu $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

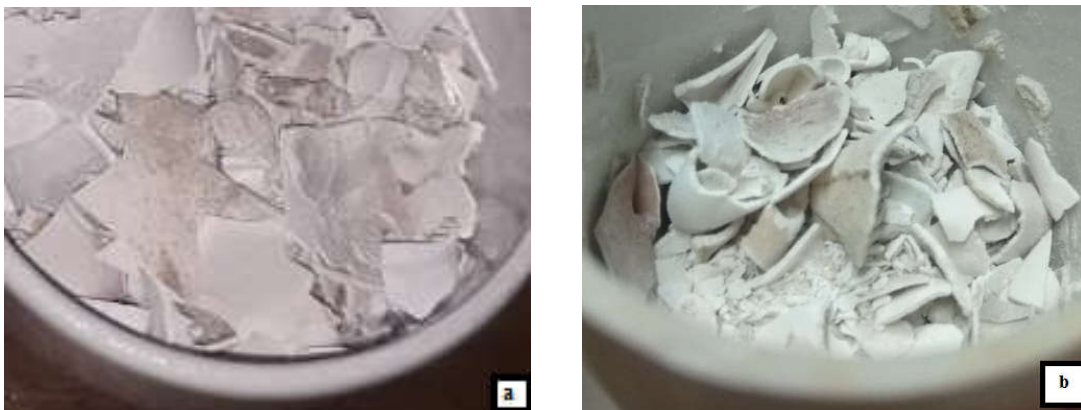
Proses pemasukan cangkang kepiting ke dalam *Crucible* (cawan yang terbuat dari

porcelain) dengan ukuran 50 ml. Selanjutnya *Crucible* yang sudah terisi cangkang kepiting dimasukkan ke dalam *Muffle Furnace* proses pemasukan *Crucible* ini dilakukan pada suhu ruang yaitu sekitar 37 – 40 °C selanjutnya suhu dinaikkan hingga 1000 °C. Saat suhu sudah sampai pada 1000 °C kemudian ditahan sengan waktu yang divariasikan yaitu 6 jam dan 10 jam. Setelah proses kalsinasi selesai maka dilakukan pendinginan dengan cara membiarkan cangkang kepiting tetap didalam *Muffle Furnace* sampai keesokan harinya.

Selanjutnya cangkang kepiting diambil dan digerus menggunakan mortar hingga terbentuk serbuk. Tahap terakhir yaitu serbuk hasil kalsinasi tersebut kemudian di karakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), untuk melihat perubahan fasa kristal kalsium yang dihasilkan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil kalsinasi dari limbah cangkang kepiting pada suhu 1000 °C dapat diamati pada gambar 2.

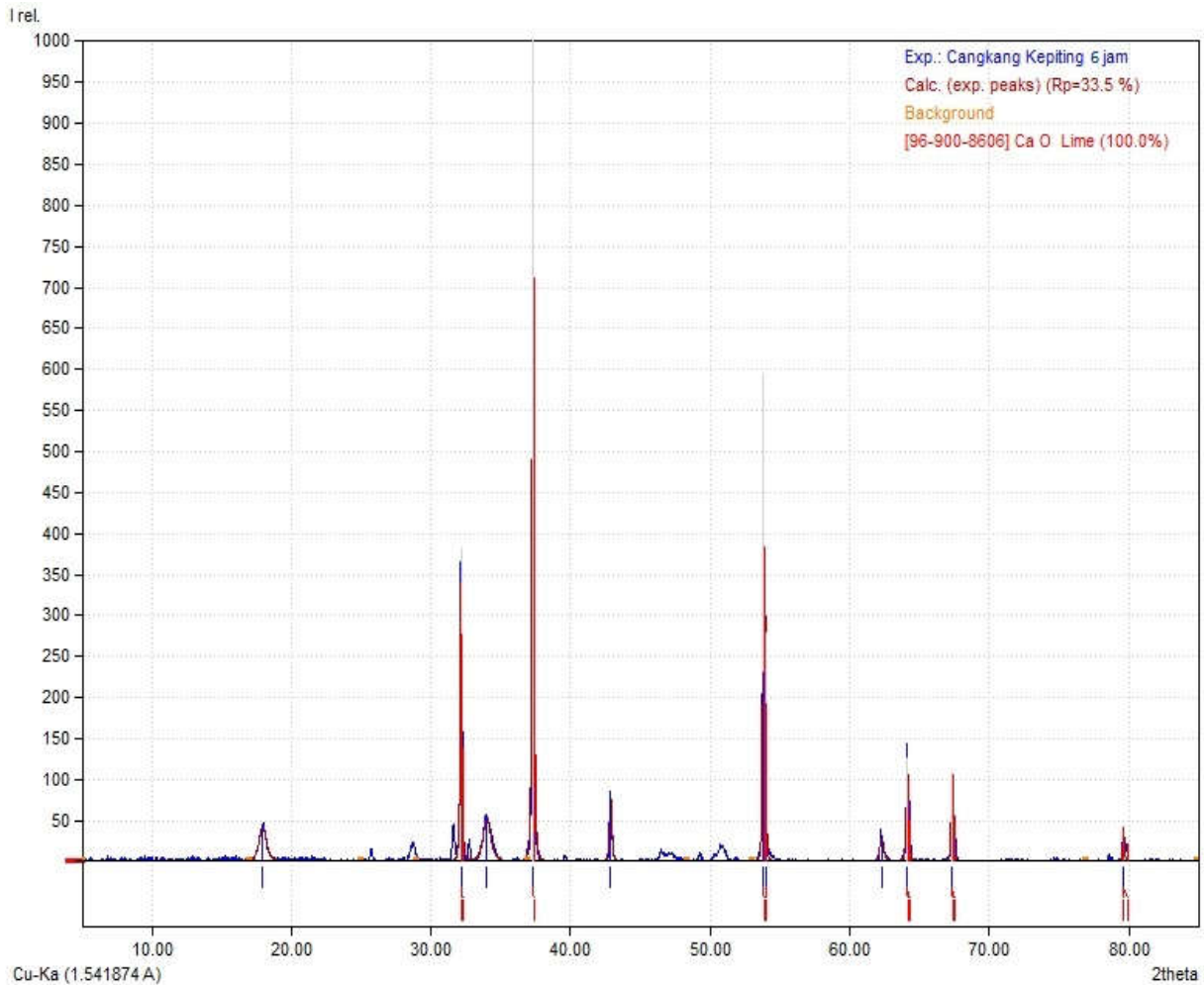


Gambar 2. CaO hasil kalsinasi cangkang kepiting pada suhu 1000 °C (a). Selama 6 jam (b). Selama 10 jam

Dari gambar dua dapat kita amati cangkang kepiting hasil kalsinasi pada suhu 1000 °C untuk waktu 6 jam dan 10 jam keduanya menghasilkan cangkang kepiting yang sudah berubah warna dari warna orange ke coklatan berubah menjadi putih. Warna putih ini menandakan bahwa cangkang kepiting yang awalnya adalah CaCO_3 telah berubah menjadi CaO. Hal ini sesuai dengan

penelitian yang dilakukan sebelumnya pada penelitian Malau & Adinugraha (2020). Senyawa CaCO_3 yang dipanaskan pada suhu 1000 °C mengalami peluruhan dan berubah menjadi CaO. Peristiwa peluruhan tersebut disebabkan oleh pemberian suhu yang cukup tinggi sehingga mengakibatkan terlepasnya karbon.

Senyawa CaO yang telah diperoleh pada suhu 1000 °C selama 6 jam dapat dilihat kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa kristal yang terbentuk. Hasil analisis dari XRD CaO pada gambar 3.



Gambar 3. Pola difraksi XRD pada suhu kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam

Dari gambar 3 dapat kita lihat bahwa terdapat puncak-puncak pada grafik dengan intensitas yang berbeda-beda. Hal ini menandakan telah terbentuk fase kristal. Sistem kristal yang terbentuk adalah kubik. Puncak-puncak kristal pada kalsinasi cangkang kepiting selama 6 jam terdapat pada sudut 2θ : 17,95; 32,17; 34,02; 37,33; 42,88; 53,82; 53,97; 62,29; 64,13; 67,35; 79,63. Intensitas paling tinggi terbentuk pada sudut $2\theta = 37.33$. Dari puncak-puncak yang dihasilkan kemudian disesuaikan dengan fase kristal senyawa yang terbentuk pada database. Senyawa CaO referensi yang digunakan adalah dari COD (*Crystallography Open Database*) entry 96-

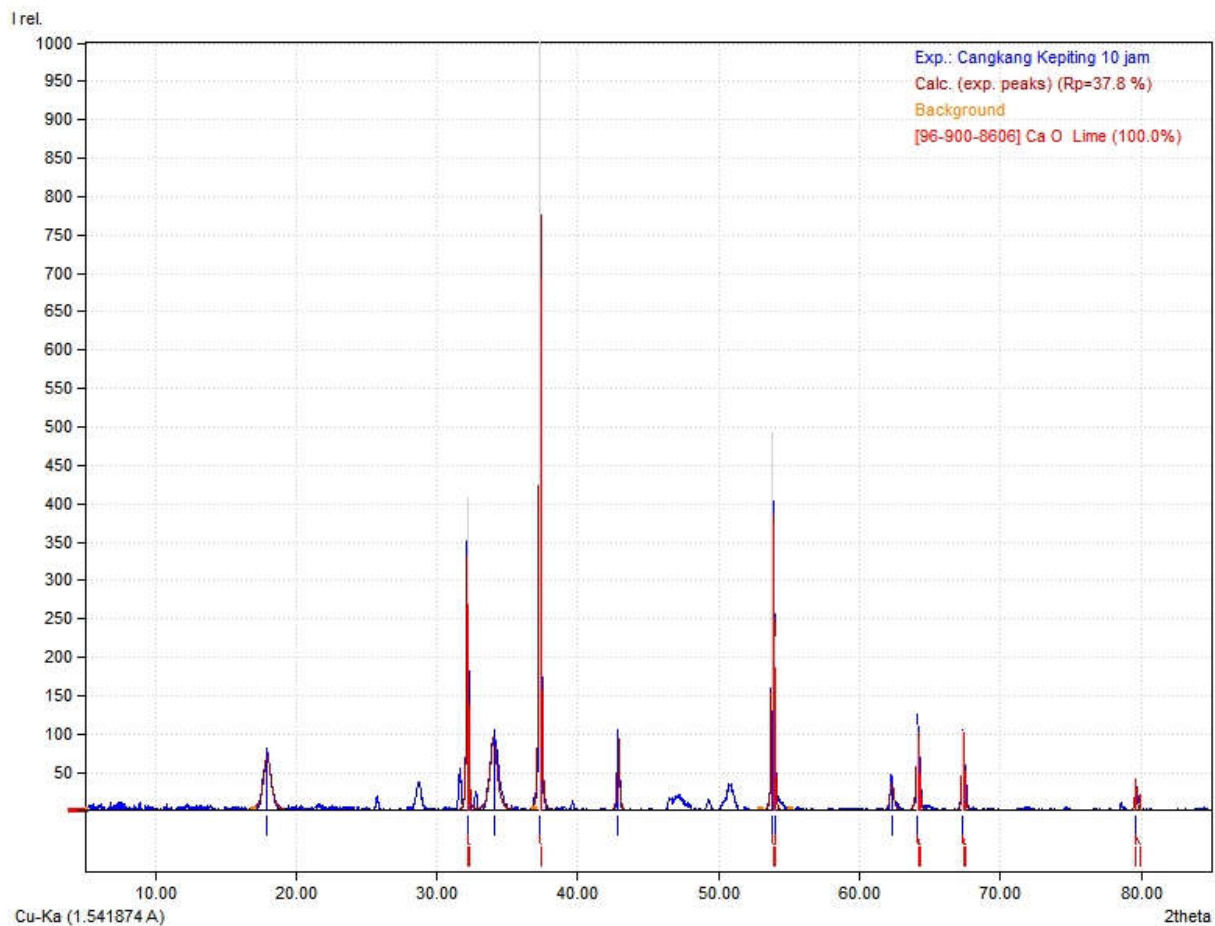
900-8606. Hasilnya menunjukkan bahwa puncak-puncak hasil analisa xrd sesuai dengan fase kristal CaO. Dari sini bisa disimpulkan bahwa setelah dilakukan kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam telah terbentuk kristal CaO hanya saja, jika puncak-puncak hasil analisa dibandingkan dengan puncak-puncak database senyawa CaO terdapat empat puncak yang tidak dimiliki database CaO yaitu pada sudut 2θ : 17,95; 34,02; 42,88; dan 62,29. Puncak-puncak ini menandakan bahwa senyawa kristal CaO yang dihasilkan masih terdapat

pengotornya atau bisa disimpulkan bahwa senyawa kristal yang terbentuk masih belum murni. Pengotor tersebut belum bisa diidentifikasi tetapi kemungkinan besar disebabkan ketika preparasi sampel terkontaminasi oleh senyawa asing.

Untuk ukuran kristal data kalsinasi 6 jam dicari menggunakan *Scherrer's Formula*

$$t = 0,9 \lambda / (\text{FWHM} \cos \theta_B) \quad (2)$$

diperoleh ukuran kristal pada puncak tertinggi data hasil kalsinasi 6 jam adalah sebesar 10,485 Å.



Gambar 4. Pola difraksi XRD pada suhu kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 10 jam

Dari gambar 4 yaitu pola difraksi XRD pada suhu kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 10 jam dapat diamati bahwa pada grafik terdapat puncak-puncak dengan intensitas yang berbeda-beda. Munculnya puncak ini menandakan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah kristal bukan amorf. Sistem kristal yang terbentuk adalah kubik. Adapun puncak-puncak kristal yang terbentuk yang terdapat pada sudut 2θ adalah : 17,96; 32,18; 34,04; 37,34; 42,89; 53,83; 53,98; 62,31; 64,15; 67,36; dan 79,64. Intensitas paling tinggi terbentuk pada sudut $2\theta = 37.34$. Nilai ini hampir sama dengan nilai sudut 2θ hasil kalsinasi selama 6 jam. Sudut yang diperoleh dari kemunculan puncak-puncak pada gambar kemudian disesuaikan dengan fase kristal senyawa yang terbentuk pada database. Senyawa CaO referensi yang digunakan adalah dari COD (*Crystallography Open Database*) entry 96-900-8606. Hasilnya menunjukkan bahwa puncak-puncak hasil kalsinasi tersebut sesuai dengan fase kristal CaO. Dari sini bisa disimpulkan bahwa setelah dilakukan kalsinasi pada suhu 1000 °C selama 10 jam telah terbentuk kristal CaO hanya saja, jika puncak-puncak hasil analisa dibandingkan dengan puncak-puncak database senyawa CaO terdapat empat puncak yang tidak dimiliki database CaO yaitu pada sudut 2θ : 17,96; 34,04; 42,89; dan 62,31. Puncak-puncak ini menandakan bahwa senyawa

kristal CaO yang dihasilkan masih terdapat pengotornya atau bisa disimpulkan bahwa senyawa kristal yang terbentuk masih belum murni. Hasil ini sama juga dengan hasil pada kalsinasi selama 6 jam. Artinya lamanya waktu tidak berpengaruh kepada kemurnian kristal CaO yang dihasilkan, jadi bisa disimpulkan bahwa kemungkinan pengotor tersebut muncul saat preprasi atau saat ketika dilakukan pengujian.

Untuk ukuran kristal data kalsinasi 10 jam untuk puncak dengan intensitas tertinggi jika dicari menggunakan *Scherrer's Formula* adalah sebesar 10,207 Å. Hasil ini hampir sama dengan ukuran kristal yang terbentuk pada data kalsinasi 6 jam.

Jika dibandingkan kristal CaO yang diperoleh dari kalsinasi dengan waktu 6 jam dan 10 jam maka tidak terdapat perbedaan hasil yang signifikan dari kristal CaO yang dihasilkan. Sehingga bisa ditarik kesimpulan bahwa kalsinasi pada suhu 1000 °C dengan lama 6 jam dan 10 jam menghasilkan kristal CaO dengan sistem kristal yaitu sistem kubik dan ukuran kristal pada puncak maksimal adalah 10 Å.

KESIMPULAN

Cangkang kepiting yang merupakan sumber CaCO_3 yang dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 6 jam dan 10 jam keduanya menghasilkan senyawa CaO. Senyawa CaO yang dihasilkan memiliki bentuk kristal dan tidak dalam bentuk amorf. Hal ini bisa

diamati dari pola difraksi XRD, yaitu terlihat banyak puncak-puncak dengan nilai intensitas yang bervariasi. Puncak-puncak ini menunjukkan bahwa atom-atom tersusun secara teratur, keteraturan atom serta susunannya menunjukkan bahwa CaO dalam bentuk Kristal. Sistem kristal kedua sampel adalah berbentuk kubik. Tidak ada perbedaan yang signifikan pada pola hasil XRD kalsinasi 6 jam dan 10 jam, perbedaannya hanya terletak pada nilai variasi intensitas dari puncak-puncak yang terbentuk. Sehingga bisa ditarik kesimpulan bahwa kalsinasi pada suhu 1000 °C dengan lama 6 jam dan 10 jam menghasilkan kristal CaO dengan ukuran kristal pada puncak maksimum adalah 10 Å.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada LPPM Universitas Kristen Indonesia atas hibah penelitian skema penelitian kelompok universitas. Termakasih atas koordinasi dan bimbingannya sehingga penelitian ini bisa berjalan dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

Afriani, F., Mustari, M., & Tiandho, Y. 2018. Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Karakteristik Kristal Kalsium dari Limbah Cangkang Kerang. *EduMatSains : Jurnal Pendidikan, Matematika Dan Sains*, 2(2), 189-200.

Balgies., Dewi, S.U., Dahlan, K. 2011. Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Menggunakan Analisis X-RAY Diffraction. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 8*. ISSN : 1410-7686. Serpong, 4 Oktober 2011.

Fohcher, B., Naggi, A., Tarri, G., Cosami A. dan Terbojevich, M. 1992. Structural differences between chitin polymorphs and their precipitates from solution evidences from CP-MAS 13 C-NMR, FTIR and FT-Raman Spectroscopy. *Carbohydrate polymer*. 17(2) : 97-102.

Kabarbisnis, 2014, AS Kesensean Berat Rajungan Indonesia, <http://www.kabarbisnis.com/read/2846194>, diakses tanggal 12 desember 2014.

Krissetiana, H., 2004, Kitin dan Kitosan Dari Limbah Udang, (Online), <http://www.suaramerdeka.com/harian/0405/31/ragam4.htm>, diakses 12 Desember 2014.

Malau, N. D., & Adinugraha, F. 2020. Penentuan Suhu Kalsinasi Optimum CaO dari Cangkang Telur Bebek dan Cangkang Telur Burung Puyuh. *EduMatSains : Jurnal Pendidikan, Matematika Dan Sains*, 4(2), 193-202.

Malau, N. D., & Adinugraha, F. 2020. Synthesis of hydrokxyapatite based duck egg shells using precipitation

method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1563(1), 1-8

- Musbir dan Fachrudin, L., 2010, Analisis Histopathology Dan Biomarker Jaringan Tubuh Udang Windu (*Penaeus monodon*) Yang Terpapar Dengan Logam Berat Tembaga (Cu) Pada Dosis Lethal, *Info Teknis Eboni*, 11(1) : 1-13
- Rachmania P, Aida. 2012. Preparasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi Dengan Metode Kombinasi Ultrasonik dan Spray Drying. *Tesis*. Depok: UI.
- Tyas, Ratih Widyaning. 2014. Studi Karakteristik Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras dan Ayam Kampung. *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Watkinson, A.P., Brimacombe, J.K. 1982. Limestone calcination in a rotary kiln. *MTB* **13**, 369–378

