

PENGARUH VARIASI TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK KALSIUM KARBONAT (CaCO_3) DALAM CANGKANG KEONG SAWAH (*Pila ampullacea*) YANG TERDAPAT DI KABUPATEN PASAMAN

Haryona Delvita¹⁾ Djusmaini Djamas²⁾ Ramli²⁾

¹⁾Mahasiswa Fisika, FMIPA Universitas Negeri Padang

²⁾Staf Pengajar Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Negeri Padang
delvitayona@gmail.com

ABSTRACT

Snail paddy shells (Pila ampullacea) located in sub-discripts Simpang Alahan Mati Pasaman contain lots of calcium carbonate (CaCO_3) that is widely utilized in the industry. On the research of test data was obtained in the form of deposits of calcium levels XRF shell snail paddy is 93,438%. Based on test data XRD is obtained that information due to the temperature of the calcination transformation phase aragonite to calcite phase. The rising temperature of calcination causes a change of the structure of CaCO_3 from Hexagonal structure to Ortorhombik structure. The rising temperature of calcination, grain size CaCO_3 anyone rise to a certain temperature and then decline, as the grain size increases from aragonite before dikalsinasi 83,872 nm became 106,302 nm dikalsinasi on temperature after 380 °C. While the phase of calcite have grain size on temperature 380 °C, 410 °C, 440 °C, 470 °C and 500 °C each 118,983 nm, 139,882 nm, 137,067 nm, 140,047 nm, and 63,533 nm.

Keywords : CaCO_3 , Snail paddy shells, Phase, Structure, Grain size, and Variation of calcination temperature

PENDAHULUAN

Tanaman padi merupakan tanaman makanan pokok yang sangat penting bagi masyarakat Indonesia, namun belakangan ini produktivitas padi menurun disebabkan oleh hama dan penyakit tumbuhan. Hama yang penyebarannya cukup luas dan banyak merusak tanaman padi adalah keong, kerusakan yang ditimbulkan oleh keong dapat mencapai intensitas 13,2 – 96,5 %^[1]. Keong sawah (*Pila ampullacea*) merupakan hewan dengan kelas gastropoda. Keong sawah adalah sejenis siput air tawar yang banyak dijumpai di sawah, parit serta danau. Bentuk keong sawah ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. *Pila Ampullacea*

Gambar 1 menunjukkan bahwa keong ini memiliki warna cangkang hijau pekat dan memiliki garis yang berwarna hitam yang berfungsi untuk melindungi tubuhnya yang lunak. Dibandingkan dengan jenis siput lainnya, keong ini memiliki cangkang yang lebih membundar.

Klasifikasi ilmiah keong sawah adalah :

Kerajaan : Animalia
Filum : Mollusca
Kelas : Gastropoda
Ordo : Ampullarioidea
Famili : Ampullariidae
Genus : *Pila*
Spesies : *Pila ampullacea*

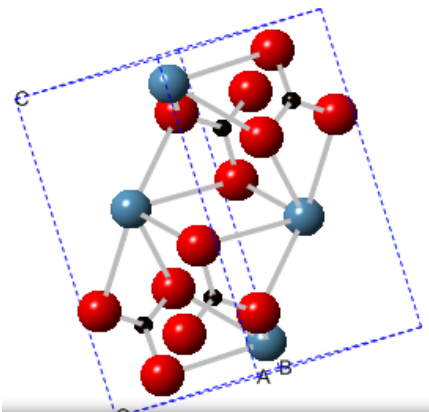
Kecamatan Simpang Alahan Mati adalah salah satu kecamatan yang mayoritas penduduknya adalah petani padi, ancaman hama keong ini sangatlah besar, mengingat keong berkembang biak dengan sangat cepat. Saat ini para petani hanya membuang keong tersebut keluar dari area persawahan dan terkadang hanya dimanfaatkan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

Kandungan mineral yang utama pada cangkang keong berupa kalsium karbonat (CaCO_3), zat besi, magnesium, kalium dan fosfor. CaCO_3 adalah senyawa kimia berwarna putih yang paling umum dari mineral nonsilikat. Secara spesifik, mineral kalsium karbonat mempunyai karakteristik rumus molekul CaCO_3 dengan 40,04% kalsium, 12,00% karbon, 47,96% oksigen dan 56,03% CaO dan 43,97% CO_2 dengan berat molekul 100,09 gr/mol, massa jenis 2,8 gr/cm³, dan titik lebur 820 °C.

Kalsium karbonat berpotensi sebagai bahan yang banyak digunakan dalam bidang industri diantaranya, industri pulp dan kertas, industri ban mobil dan motor, industri cat, industri pembuatan pipa PVC dan industri pasta gigi. Penggunaan dari kalsium karbonat ini didasarkan pada sifat dari masing – masing fasa kalsium karbonat yang muncul.

Mineral CaCO_3 terdapat dalam tiga fasa yaitu aragonit, kalsit dan vaterit. Masing – masing fasa ini memiliki sifat yang berbeda. Pada temperatur ruang kalsit merupakan fasa yang stabil, sedangkan vaterit dan aragonit merupakan fasa metastabil yang dapat bertransformasi ke dalam fasa stabil (kalsit) [2]. Untuk mengetahui sifat bahan ini, perlu dibahas struktur atom, struktur butir, struktur kristalin dan perilaku bahan dalam bentuknya yang utuh [3].

Dua polimorf umum CaCO_3 adalah aragonit dan kalsit [4]. Aragonite memiliki struktur kristal orthorombik dengan grup ruang pmcn dan parameter sel $a = 4.95 \text{ \AA}$, $b = 7.96 \text{ \AA}$, $c = 5.74 \text{ \AA}$ sedangkan sistem kristal calsite adalah heksagonal dengan grup ruang $R\bar{3}c$ dan parameter sel $a=4.9896(2) \text{ \AA}$, $c=17.061(11) \text{ \AA}$ [5]. Struktur kristal aragonit ditampilkan pada Gambar 2.



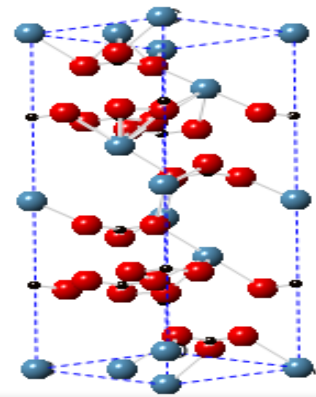
Gambar 2. Struktur Kristal Aragonit (Crystallmaker)

Gambar 2 menunjukkan bahwa mineral aragonit tersusun atas tiga buah atom yaitu terdiri dari satu atom C (hitam), Ca (biru) dan atom O (merah). Mineral aragonit berstruktur orthorombik, dimana sistem kristal ini mempunyai tiga buah sumbu yang tidak sama panjangnya dan saling tegak lurus.

Koeksistensi fasa aragonit dan kalsit pada cangkang keong untuk sampel yang tidak dipanaskan dan yang dipanaskan lebih rendah dari 500°C . Transformasi dari aragonit ke kalsit berakhir pada suhu 500°C [4], sementara itu menurut Yoshioka [6] aragonit akan berubah menjadi kalsit pada suhu $380 - 470^\circ\text{C}$. Untuk struktur kristal aragonit ditampilkan pada Gambar 3.

Gambar 3 menunjukkan bahwa mineral kalsit tersusun atas tiga buah atom yaitu terdiri dari satu atom C (hitam), Ca (biru) dan atom O (merah). Kalsit memiliki sistem kristal hexagonal, dimana sumbu c tegak lurus terhadap sumbu lainnya. Sumbu a dan b masing-masing membentuk sudut 120° terhadap satu

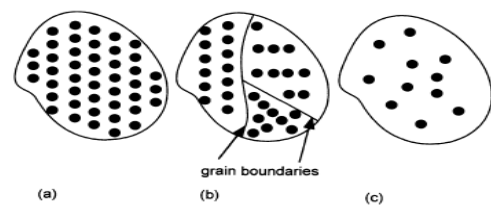
sama lain. Sumbu a dan b memiliki panjang sama. Sedangkan panjang c berbeda, dapat lebih panjang atau lebih pendek.



Gambar 3. Struktur Kristal Kalsit (Crystallmaker)

Kristalografi

Padatan ke dalam tiga kategori umum yaitu kristal tunggal, polikristal dan amorf. Skema sederhana yang mewakili tiga kategori ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Ilustrasi Perbedaan Antara (a) Kristal Tunggal, (b) Polikristalin, dan (c) Amorf Bahan [7]

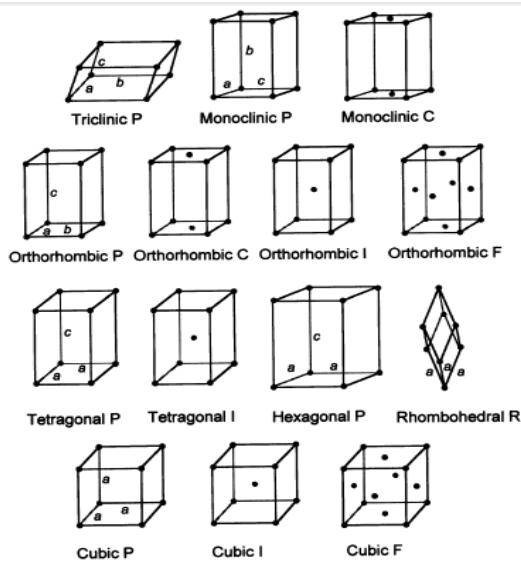
Gambar 4 menunjukkan pada kristal tunggal, atom atau penyusunnya mempunyai struktur tetap karena atom-atom atau molekul-molekul penyusunnya tersusun secara teratur dalam pola tiga dimensi dan pola-pola ini berulang secara periodik dalam rentang yang panjang tak berhingga. Sedangkan polikristal dapat didefinisikan sebagai kumpulan dari kristal-kristal tunggal yang memiliki ukuran sangat kecil yang dipisahkan oleh batas butir. Batas butir dalam bahan polikristalin dapat memiliki bentuk dan ukuran yang berbeda.

Dalam bahan amorf, seperti kaca dan banyak polimer, atom tidak tersusun secara periodik. Amorf adalah kata Yunani yang berarti “tanpa bentuk yang pasti”. Bahan amorf memiliki jarak pendek. Susunannya hanya sampai ke beberapa tetangga terdekat [7].

Struktur Kristal

Susunan khas atom-atom dalam kristal disebut sistem kristal atau struktur kristal. Struktur kristal dibangun oleh sel satuan (*unit cell*) yang merupakan

sekumpulan atom yang tersusun secara khusus, secara periodik berulang dalam tiga dimensi dalam suatu kisi kristal (*crystal lattice*). Suatu kristal yang terdiri dari jutaan atom dapat dinyatakan dengan ukuran, bentuk, dan susunan sel satuan yang berulang dengan pola pengulangan yang menjadi ciri khas dari suatu kristal^[8]. Tujuh sistem kristal dan 14 sistem Bravais seperti yang ditampilkan pada Gambar 5 dan Tabel 1.



Gambar 5. Empat Belas Kisi Bravais^[7].

Tabel 1. Tujuh Sistem Kristal^[9].

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

Kisi bravais untuk masing-masing sistem kristal ini ditentukan atas posisi atom unit selnya. Seperti kisi bravais sistem kristal simpel kubus memiliki posisi atom yang hanya terdapat pada pojok-pojok unit selnya saja. Struktur kristal terbentuk dari ikatan atom-atom penyusun kristal dan orientasi bidang kristal^[10].

Pengaruh Temperatur Kalsinasi

Proses kalsinasi didefinisikan sebagai pengerjaan sampel pada temperatur tinggi tetapi masih dibawah titik leleh tanpa disertai penambahan

reagen dengan maksud untuk mengubah bentuk senyawa dalam konsentrat. Temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap fasa suatu zat, dimana fasa adalah bagian dalam suatu material yang berbeda dengan bagian-bagian lainnya dalam hal struktur atau komposisi^[11]. Berubahnya fasa dan struktur dari material akibat temperatur disebabkan karena ketika suatu material dipanaskan maka akan terjadi peningkatan energi memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar^[12].

Selain temperatur berpengaruh terhadap perubahan fasa, temperatur juga berpengaruh terhadap ukuran butir. Akibat meningkatnya temperatur maka difusi atom juga semakin meningkat, sehingga meningkat pula pembentukan nukleus-nukleus fasa baru yang sama. Antara nukleus-nukleus ini terdapat batas butir yang memisahkannya serta dipisahkan dengan pori-pori. Temperatur yang dinaikkan secara terus menerus, menyebabkan terjadi pengecilan/penghilangan pori-pori tersebut. Apabila pori-pori sangat mengecil maka mereka tidak mampu lagi mengunci batas butir terhadap pengaruh gaya pertumbuhan butir^[13].

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

$$t = \frac{0,9 \times \lambda}{B \times \cos \theta} \quad (1)$$

Keterangan:

t : Ukuran butir

λ : panjang gelombang

θ : sudut difraksi

B : lebar puncak (rad)^[9]

X – Ray Diffraction (XRD)

Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik berenergi tinggi. Sinar-X memiliki energi sekitar 200 eV – 1 MeV, berada di antara sinar gamma (γ) dan sinar ultraviolet (UV) dalam spektrum elektromagnetik. Panjang gelombang sinar-X adalah sekitar 0,5 – 2,5 Å. Sinar-X dihasilkan oleh interaksi antara sinar eksternal elektron dan elektron dalam kulit atom, sedangkan sinar gamma (γ) dihasilkan oleh perubahan dalam nukleus atom. Jika elektron yang mempunyai kecepatan tinggi menumbuk suatu logam target, maka akan dihasilkan sinar-X.

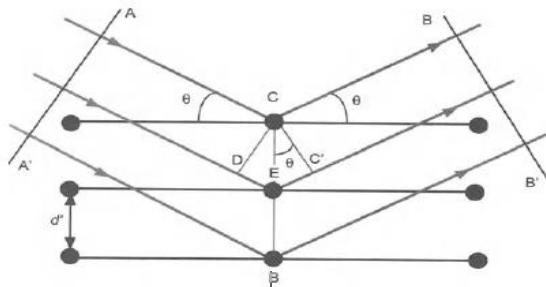
Intensitas transisi $K\alpha$ lebih tinggi daripada transisi $K\beta$, sehingga yang digunakan untuk keperluan difraksi sinar-X adalah radiasi $K\alpha$. Proses perlambatan elektron pada saat menembus logam sasaran juga dapat menghasilkan sinar-X. Proses perlambatan elektron yang menghasilkan sinar-X ini sering disebut sebagai radiasi putih.

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Difraksi sinar X oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena yaitu hamburan oleh tiap atom.

Interferensi gelombang-gelombang oleh tiap atom-atom tersebut. Interferensi ini terjadi karena gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom memiliki koherensi dengan gelombang datang dan demikian pula dengan mereka sendiri^[14].

Karena terjadi penghamburan oleh atom-atom dan juga penyerapan oleh bahan dalam material sehingga pada saat bahan ditembak sinar-X maka intensitas sinar datang lebih besar dari intensitas sinar-X yang ditransmisikan. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menguatkan karena sama fase dan ada juga yang menghilangkan karena berbeda fase^[12].

Berkas sinar-X yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi dikenal sebagai Hukum Bragg. Menurut Bragg berkas yang terdifraksi oleh kristal terjadi jika pemantulan oleh bidang sejajar atom menghasilkan interferensi konstruktif. Pemantulan sinar-X oleh sekelompok bidang paralel dalam kristal pada hakekatnya merupakan gambaran dari difraksi atom-atom kristal. Difraksi atom-atom kristal sebagai pantulan sinar-X oleh sekelompok bidang-bidang paralel dalam kristal seperti terlihat pada Gambar 6. Arah difraksi sangat ditentukan oleh geometri kisi, yang bergantung pada orientasi dan jarak antar bidang kristal.



Gambar 6. Difraksi Sinar X Oleh Kristal^[6].

Gambar 6 menunjukkan seberkas sinar A mengenai atom C pada bidang pertama dan atom E pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang C dengan bidang E adalah d . Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang λ , dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dan sudut θ . Interferensi konstruktif terjadi jika selisih lintasan antara dua sinar yang berurutan merupakan kelipatan panjang gelombangnya (λ) sehingga dapat dinyatakan pada persamaan matematis hukum Bragg sebagai berikut:

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

n adalah bilangan bulat, d merupakan jarak antar bidang, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang kristal dan λ adalah panjang gelombang sinar-X. Berdasarkan persamaan matematis hukum Bragg tersebut, syarat terjadinya peristiwa difraksi adalah $\lambda < 2d$ ^[15]. Arah berkas yang dipantulkan oleh atom

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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (3)$$

Selanjutnya dengan menerapkan hukum Bragg dari Persamaan (2) dan mensubstitusikan ke Persamaan (3), sehingga diperoleh persamaan:

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

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

Di sini a , b , dan c adalah parameter kisi dan h k l adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Dari Persamaan (5), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi $a = b = c$, dapat digunakan persamaan:

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

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

Struktur kristal ditentukan dengan difraksi sinar-X. Jarak interplanar dapat dihitung hingga empat atau lebih angka signifikan dengan mengukur sudut difraksi. Ini merupakan dasar untuk menentukan jarak inter atomik dan menghitung jari-jari^[9]. Penentuan orientasi kristal dilakukan dengan mengamati pola berkas difraksi sinar-X yang dipantulkan oleh kristal. Untuk XRD, pola difraksi diamati sebagai fungsi sudut 2θ . Pola difraksi yang terjadi kemudian dibandingkan dengan ICDD sebagai data standar.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimen. Alat karakterisasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah *X-Ray Fluorescence (XRF)* dan *X-Ray diffraction (XRD)*.

Variabel penelitian ini adalah variabel bebas, variabel kontrol dan variabel terikat. Variabel bebas adalah temperatur yang diberikan yaitu, 380°C , 410°C , 440°C , 470°C , 500°C . Variabel kontrol yaitu lamanya pemanasan awal pada suhu 105°C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar air, dan kemudian dikalsinasi selama dua jam untuk masing – masing temperatur, serta tekanan udara ruangan. Variabel terikat adalah kandungan kalsium cangkang keong

sawah, perubahan fasa, struktur, dan ukuran butir kristal.

Sampel cangkang keong yang digunakan berasal dari areal persawahan kecamatan Simpang Alahan Mati kabupaten Pasaman. Sampel diambil secara acak dari beberapa areal persawahan yang berjarak tidak terlalu jauh dari masing – masing tempat pengambilan. Sebelum dikarakterisasi, cangkang keong dihancurkan kemudian dicuci untuk menghilangkan pengotor, kemudian cangkang di oven pada suhu 105°C dan kemudian dihaluskan sehingga menjadi serbuk dengan menggunakan mortar.



Gambar 7. Mortar dan Lumpang

Mineral kalsium karbonat yang telah di gerus diayak dengan ayakan manual berukuran 75 µm supaya ukuran butirnya homogen. Sampel yang telah dihaluskan tersebut di timbang dengan neraca analitik, dan dibagikan kedalam enam tempat sampel dengan massa masing-masing sampel 10 gram kemudian di beri label masing – masing yaitu awal, 380°C, 410°C, 440°C, 470°C, dan 500°C.



Gambar 8. Sampel 380°C, 410°C, 440°C, 470°C, dan 500°C.

Sampel dikalsinasi menggunakan furnace dengan variasi suhu yaitu 380 °C, 410 °C, 440 °C, 470 °C, dan 500 °C dan ditahan selama dua jam pada masing masing temperatur tersebut. Setelah di panaskan selama dua jam, kemudian suhu diturunkan secara perlahan baru sampel dikeluarkan dan disimpan di dalam desikator sebelum di karakterisasi.

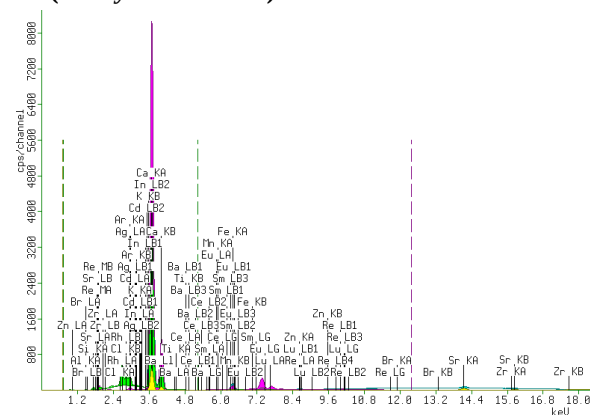
Sampel yang sudah dihaluskan sebagian di karakterisasi dengan metode XRF untuk melihat kadar kandungan kalsium yang terdapat dalam cangkang keong sawah, sedangkan sebagiannya lagi difurnace. Setelah didinginkan sampel dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui sifat fisis mineral yang terkandung dalam cangkang keong sawah sebelum dan sesudah dikalsinasi pada temperatur yang berbeda. Sifat fisis ditinjau yang di tinjau yaitu fasa, struktur kristal dan ukuran butir kristal.

Langkah-langkah yang ditempuh dalam analisis data adalah : Untuk menganalisis fasa, dan struktur dari sampel awal, sampel 380°C, sampel 410°C , sampel 440°C, sampel 470°C dan sampel 500°C digunakan software *Highscore Plus* dengan cara mencocokkan pola-pola grafik intensitas yang dihasilkan XRD dengan data ICDD (*International Centre for Diffraction Data*). Berdasarkan harga FWHM yang diperoleh dari hasil pengukuran dapat diperoleh ukuran butir kristal untuk masing-masing mineral dengan menggunakan persamaan 1.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

1. Hasil Penelitian

a. Data hasil karakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescent*)



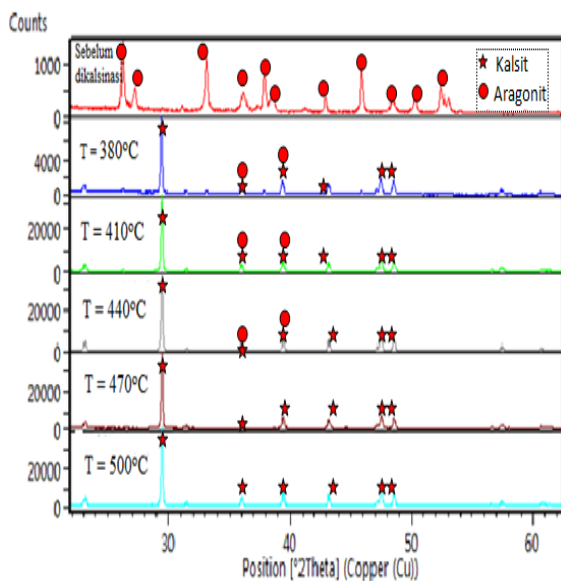
Gambar 9. Data Hasil Pengukuran XRF dari Sampel Serbuk Cangkang Keong Sawah Sebelum Dikalsinasi

Gambar 9 menunjukkan puncak yang paling tinggi adalah unsur Ca yaitu 93,438 %, kemudian unsur Si 1,875 %, unsur Al 1,359 % dan sekitar 3,328 % unsur lainnya. Cangkang keong sawah yang berasal dari Kecamatan Simpang Alahan Mati mengandung unsur kalsium sebagai penyusun utamanya dengan kadar kalsium 93,438 %, selain itu juga mengandung silika dan unsur-unsur lain dalam jumlah yang sangat kecil. Sedangkan menurut Jindrayani Nyoo, Ong Lu Ki, Suryadi Ismadji, Ph.D, cangkang keong sawah (*Pila ampullacea*) memiliki kandungan kalsium mencapai 97%.

Kandungan kalsium cangkang keong sawah (*Pila ampullacea*) yang sangat tinggi ini sangat berpotensi untuk bisa dimanfaatkan sebagai bahan yang lebih bernilai daya guna untuk keperluan industri, diantaranya industri cat, kertas, magnetic recording, industri detergen, plastik dan keramik.

b. Data Hasil karakterisasi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Berdasarkan analisis data XRD untuk masing-masing sampel terlihat bahwa variasi temperatur kalsinasi mempengaruhi fasa CaCO_3 yang terbentuk. Fasa CaCO_3 yang terbentuk untuk masing-masing temperatur ditampilkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Pola XRD Cangkang Keong Sawah Sebelum Dikalsinasi, dan Setelah Dikalsinasi Pada Suhu 380°C, 410°C, 440°C, 470°C dan 500°C

Gambar 10 menunjukkan perubahan fasa dari pola XRD dengan masing-masing temperatur kalsinasi. Perubahan fasa tersebut dapat dilihat dari hilang dan munculnya puncak fasa cangkang keong sawah. Perubahan fasa mulai terjadi pada temperatur kalsinasi 380°C, dimana fasa aragonit mengalami transformasi ke fasa calcite. Fasa aragonit pada cangkang keong sawah bertransformasi ke fasa kalsit sampai pada temperatur 440°C. Pada temperatur 470°C fasa aragonit menghilang, sehingga hanya fasa calcite yang tersisa sampai dengan temperatur kalsinasi 500°C. Namun pada temperatur 500°C terlihat bahwa calcite memiliki kristal tunggal.

Perubahan fasa ini terjadi akibat getaran atom sehingga inti (nucleus) didalam sampel akan bergabung sehingga membentuk fasa baru. Hal ini dijelaskan bahwa mineral *aragonite* akibat dekomposisi termal akan membentuk mineral *calcite*. Fasa berubah disebabkan karena parameter kisi dan sudut kisi berubah akibat pengaruh temperatur. Temperatur kalsinasi menyebabkan struktur dan

konstanta kisi berubah. Suatu benda akan memuai saat dipanaskan, begitu juga dengan sampel cangkang keong sawah. Pada saat sampel sebelum dikalsinasi fasa yang muncul yaitu fasa aragonit pada posisi 2θ 21,67°. Setelah dikalsinasi pada temperatur 380°C fasa aragonit muncul pada posisi 2θ 26,1887°. Fasa calcite muncul pada posisi 2θ yang berbeda-beda pada temperatur 380°C, 410°C, 440°C, 470°C dan 500°C masing-masing . 29,3639°, 29,3993°, 29,4068°, 29,4096°, dan 29,4238°. Intensitas pada masing-masing temperatur juga berbeda, dimana intensitas semakin meningkat dengan naiknya temperatur. Intensitas tertinggi didapatkan pada temperatur 470°C, namun pada temperatur 500°C intensitas calcite menurun, hal ini disebabkan oleh transformasi dari aragonit ke kalsit berakhir pada suhu 500°C. Transformasi fasa aragonit ke fasa kalsit akibat pengaruh temperatur kalsinasi ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Fasa Kalsium Karbonat yang Terbentuk Pada Masing-masing Temperatur.

Temperatur kalsinasi	Fasa aragonite	Fasa calcite
Sebelum dikalsinasi	✓	
380°C	✓	✓
410°C	✓	✓
440°C	✓	✓
470°C		✓
500°C		✓

Tabel 2 menunjukkan untuk sampel 380°C - 440°C ditemukan dua jenis fasa kalsium karbonat yaitu aragonite dan kalsit. Untuk sampel 470°C – 500°C hanya ditemukan satu fasa yaitu fasa kalsit, karena fasa aragonit telah bertransformasi seluruhnya ke fasa kalsit. Puncak intensitas berbeda pada setiap suhu kalsinasi disebabkan oleh pengaruh temperatur kalsinasi. Posisi puncak seiring dengan berubahnya fasa yang merupakan hubungan intensitas dengan 2θ . Berubahnya fasa terjadi akibat perubahan temperatur kalsinasi.

Temperatur kalsinasi menyebabkan struktur dan konstanta kisi berubah. Suatu benda akan memuai saat dipanaskan, begitu juga dengan sampel cangkang keong sawah. Pada saat sampel sebelum dikalsinasi fasa yang muncul yaitu fasa aragonit pada posisi 2θ 21,67°. Setelah dikalsinasi pada temperatur 380°C fasa aragonit muncul pada posisi 2θ 26,1887°. Fasa calcite muncul pada posisi 2θ yang berbeda-beda pada temperatur 380°C, 410°C, 440°C, 470°C dan 500°C masing-masing . 29,3639°, 29,3993°, 29,4068°, 29,4096°, dan 29,4238°. Intensitas pada masing-masing temperatur juga berbeda, dimana intensitas semakin meningkat dengan naiknya temperatur. Intensitas tertinggi

didapatkan pada temperatur 470°C, namun pada temperatur 500°C intensitas calcite menurun, hal ini disebabkan oleh transformasi dari aragonit ke kalsit berakhir pada suhu 500°C^[4].

c. Struktur Kristal Kalsium Karbonat

Berdasarkan data hasil pengukuran XRD yang telah dicocokkan dengan *database* diperoleh fasa penyusun kalsium karbonat, selain itu juga diperoleh struktur kristal yang meliputi parameter kisi (α , β , γ , a, b, dan c), grup ruang, sistem kristal yang terdapat pada masing-masing sampel cangkang keong sawah. Setelah dicocokkan dengan *database*, maka dapat diperoleh struktur dari setiap sampel cangkang keong sawah ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Struktur Kristal Masing-masing Fasa Penyusun Kalsium Karbonat

Temperatur Kalsinasi	Fasa	Struktur							
		a	b	c	α	β	γ	Grup Ruang	Sistem Kristal
Sebelum dikalsinasi	Aragonite, syn	4,9590	7,9680	5,7410	90,000	90,000	90,000	Pmcn	Orthorombic
380°C	Aragonite, syn	4,9590	7,9680	5,7410	90,000	90,000	90,000	Pmcn	Orthorombic
	Calcite, syn	4,9920	4,9920	17,0690	90,000	90,000	120,000	R-3c	Hexagonal
410°C	Calcite	4,9896	4,9896	17,0610	90,000	90,000	120,000	R-3c	Hexagonal
440°C	Calcite, syn	4,9903	4,9903	17,0684	90,000	90,000	120,000	R-3c	Hexagonal
470°C	Calcite	4,9896	4,9896	17,0610	90,000	90,000	120,000	R-3c	Hexagonal
500°C	Calcite	4,9887	4,9887	17,0529	90,000	90,000	120,000	R-3c	Hexagonal

Tabel 3 menunjukkan bahwa untuk sampel cangkang keong sawah sebelum dikalsinasi mengandung fasa aragonit dengan struktur orthorombic unit sel $a=b=4,9590 \text{ \AA}$, dan $c=5,7410 \text{ \AA}$. Sampel cangkang keong sawah yang dikalsinasi pada temperatur 380°C mengandung fasa aragonit dengan struktur orthorombic unit sel $a=b=4,9590 \text{ \AA}$, $c=5,7410 \text{ \AA}$ dan fasa calcite hexagonal unit sel $a=b=4,9920 \text{ \AA}$, $c=17,0690 \text{ \AA}$. Untuk sampel yang dikalsinasi pada temperatur 410°C mengandung fasa, struktur dan unit sel yang sama dengan sampel yang dikalsinasi pada suhu 470°C yaitu fasa calcite dengan struktur hexagonal unit sel $a=b=4,9896 \text{ \AA}$ dan $c=17,0684 \text{ \AA}$. Sampel yang dikalsinasi pada temperatur 440°C juga mengandung fasa calcite dengan struktur hexagonal unit sel $a=b=4,9903 \text{ \AA}$ dan $c=17,0610 \text{ \AA}$. Sama halnya dengan sampel yang dikalsinasi pada temperatur 500°C juga mengandung fasa calcite dengan struktur hexagonal unit sel $a=b=4,9887 \text{ \AA}$, dan $c=17,0529 \text{ \AA}$.

Meningkatnya temperatur kalsinasi menyebabkan fasa dari suatu material berubah, hal

ini juga mengakibatkan struktur dari material tersebut berubah. Ketika terjadi transformasi fasa aragonit ke kalsit, terjadi pula perubahan struktur dari kalsium karbonat tersebut.

Pada temperatur 470°C – 500°C tidak terjadi lagi transformasi fasa, sehingga energi panas yang diterima tersebut digunakan oleh atom-atomnya untuk saling bergetar dengan jarak antar atom semakin besar^[16]. Semakin besar jarak antar atom maka semakin besar juga unit selnya.

d. Pengaruh Temperatur Terhadap Ukuran Butir Kristal

Tabel 4. Struktur Kristal Masing-masing Fasa Penyusun Kalsium Karbonat

Temperatur Kalsinasi	Fasa	Ukuran Butir (nm)
Sebelum Dikalsinasi	Aragonite	83,87281
380°C	Aragonite	106,3021
	Calcite	118,9836
410°C	Calcite	139,8826
440°C	Calcite	137,0674
470°C	Calcite	140,0479
500°C	Calcite	63,53322

Selain mempengaruhi fasa temperatur kalsinasi juga mempengaruhi ukuran butir kristal untuk masing – masing fasa kalsium karbonat. Berdasarkan hasil pengolahan data ukuran butir kristal mineral penyusun kalsium karbonat pada setiap sampel cangkang keong sawah, ukuran butir untuk fasa yang sama pada setiap sampel ada yang meningkat dan ada juga yang menurun.

Seperti halnya pada sampel sebelum dikalsinasi, fasa aragonit mempunyai rata-rata ukuran butir sebesar 83,8728 nm. Setelah dikalsinasi pada suhu 380°C ukuran butir fasa aragonit bertambah besar menjadi 106, 302 nm. Peningkatan ini terjadi karena belum terjadi transformasi total fasa aragonit ke fasa kalsit, sehingga energi panas yang diberikan digunakan oleh atom-atom penyusun cangkang keong sawah untuk saling bergabung. Hal ini sesuai dengan pendapat Abdullah^[10] selama pemanasan terjadi maka akan terjadi penyatuan partikel-partikel nanomaterial.

Pada sampel 410°C , 440°C, 470°C dan 500°C fasa yang terdapat pada sampel ada yang mengalami peningkatan dan ada yang mengalami penurunan ukuran butir. Pada sampel 410°C fasa kalsit mengalami pertambahan ukuran butir dari 118,983 nm menjadi 139,883 nm. Akan tetapi pada suhu 440°C fasa kalsit mengalami penurunan ukuran butir menjadi 137,067 nm disebabkan karena selama perubahan temperatur masih terjadi transformasi fasa sehingga kristal yang semula mengalami

penggabungan akan mengalami pemisahan akibat fasa calcite baru yang muncul, dan ukuran butirnya kembali meningkat pada suhu 470°C menjadi 140,047 nm, hal ini terjadi karena intensitas tertinggi terdapat pada temperatur 470°C. Pada suhu 500°C fasa kalsit kembali mengalami penurunan ukuran butir yang drastis menjadi 63,5332 nm, hal ini disebabkan karena transformasi fasa barakhir pada suhu tersebut dan mungkin akan muncul fasa baru pada temperatur di atas 500°C.

Berdasarkan fasa yang diperoleh pada penelitian yaitu fasa aragonit dan fasa calcite. Sebagaimana kita ketahui, fasa aragonit banyak diaplikasikan dalam bidang industri diantaranya dalam industri kertas yaitu sebagai filler kertas yang menjadikan sifat-sifat kertas lebih baik diantaranya seperti tak tembus cahaya, kecerahan, high bulk dan lebih kuat. Sebagai filler kertas, aragonite lebih baik daripada kalsit dalam polivinil alkohol atau polipropilen komposit^[16]. Sama halnya dengan aragonit, kalsit juga sangat banyak digunakan dalam bidang industri diantaranya industri cat, kertas, magnetic recording, industri detergen, plastik dan keramik.

KESIMPULAN

Kadar kandungan kalsium cangkang keong sawah yang terdapat di Kecamatan Simpang Alahan Mati Kabupaten Pasaman yaitu 93,438 %.

Temperatur kalsinasi pada cangkang keong sawah mempengaruhi fasa kalsium karbonat yang terbentuk. Sebelum diberikan temperatur kalsinasi fasa yang muncul adalah fasa aragonit. Pada temperatur kalsinasi 380°C - 440°C ada dua fasa yang muncul yaitu aragonit dan kalsit. Namun pada 470°C dan 500°C fasa yang muncul hanyalah fasa kalsit, karena aragonit sudah bertransformasi ke kalsit pada temperatur tersebut.

Temperatur kalsinasi mempengaruhi perubahan struktur kalsium karbonat yang terkandung pada cangkang keong sawah tersebut. Perubahan struktur yang terjadi yaitu dari struktur Orthorombik ke struktur Hexagonal.

Temperatur kalsinasi mempengaruhi ukuran butir kalsium karbonat yang terkandung pada cangkang keong sawah tersebut. Meningkatnya temperatur kalsinasi mengakibatkan ukuran butir aragonit bertambah besar. Pada temperatur 380°C ukuran butir fasa aragonit bertambah menjadi 106,302. Pada sampel 410°C fasa kalsit mengalami pertambahan ukuran butir dari 118,983 nm menjadi 139,883 nm. Akan tetapi pada suhu 440°C fasa kalsit mengalami penurunan ukuran butir menjadi 137,067 nm, dan ukuran butirnya kembali meningkat pada suhu 470°C menjadi 140,047 nm. Pada suhu 500 °C fasa kalsit kembali mengalami penurunan ukuran butir yang drastis menjadi 63,5332 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Pitojo, S. 1996. *Petunjuk Pengendalian dan Pemantauan Keong Mas*. Trubus Agriwidya, Jakarta.
- [2]. 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 276, 541–548.
- [3]. Alexandeer. 1985. *Material Science and Engineering*. New York : John Willey and Sons.
- [4]. S. Meejo, et all. 2004. *Electron Spin Resonance Studies of Mn²⁺ in Freshwater Snail Shells : S. Ingalsiana, P. Ampullacea, P. Canaliculata Lamarck and Fossilized Snail Shell*. International Journal of Modern Physics B. World Scientific Publishing Company.
- [5]. Redfern, Simon A T. 2000. *Structural Variation in Carbonates*. Departement of Earth Science, University of Cambridge Downing Street. United Kingdom.
- [6]. 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.
- [7]. Suryanarayana C., Norton M.G. 1998. *X-Ray Diffraction*. Plenum Press: New York.
- [8]. Istiyono, Edi. 2000. *Fisika Zat Padat*. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- [9]. Cullity. 1956. *Element of X-Ray Diffraction*. Adison-Wesley Pub, Co. Inc. Massachusetts.
- [10]. Abdullah, Mikrajuddin. 2009. *Pengantar Nanosains*. Bandung. ITB Bandung.
- [11]. Van Vlack, Lawrence H. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan*. Jakarta: Erlangga.
- [12]. Zeffry, Robby. 2015. *Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Sifat Fisis Tembaga Oksida Dari Daerah Pinti Kayu Kec. Koto Parik Gadang Di ateh Kabupaten Solok Selatan*. Skripsi. FMIPA. Universitas Negeri Padang.
- [13]. Smallman R.E. R.J. Bishop. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Jakarta : Erlangga.
- [14]. Pratapa, Seminar. 2004. *Prinsip-Prinsip Difraksi Sinar-X*, makalah seminar XRD di sampaikan di Padang.
- [15]. Omar, M.A. 1975. *Elementary Solid State Physics Principles and application*. London: Addison-Wesley Publishing Company
- [16]. Zeshan Hu, Minghao Shao, et all. 2009. *Sintesis Needle-Like Aragonit dari Magnesium chloride pada Limestone*. Jurnal Teknologi Pengolahan Bahan, Vol. 209, No. 3.