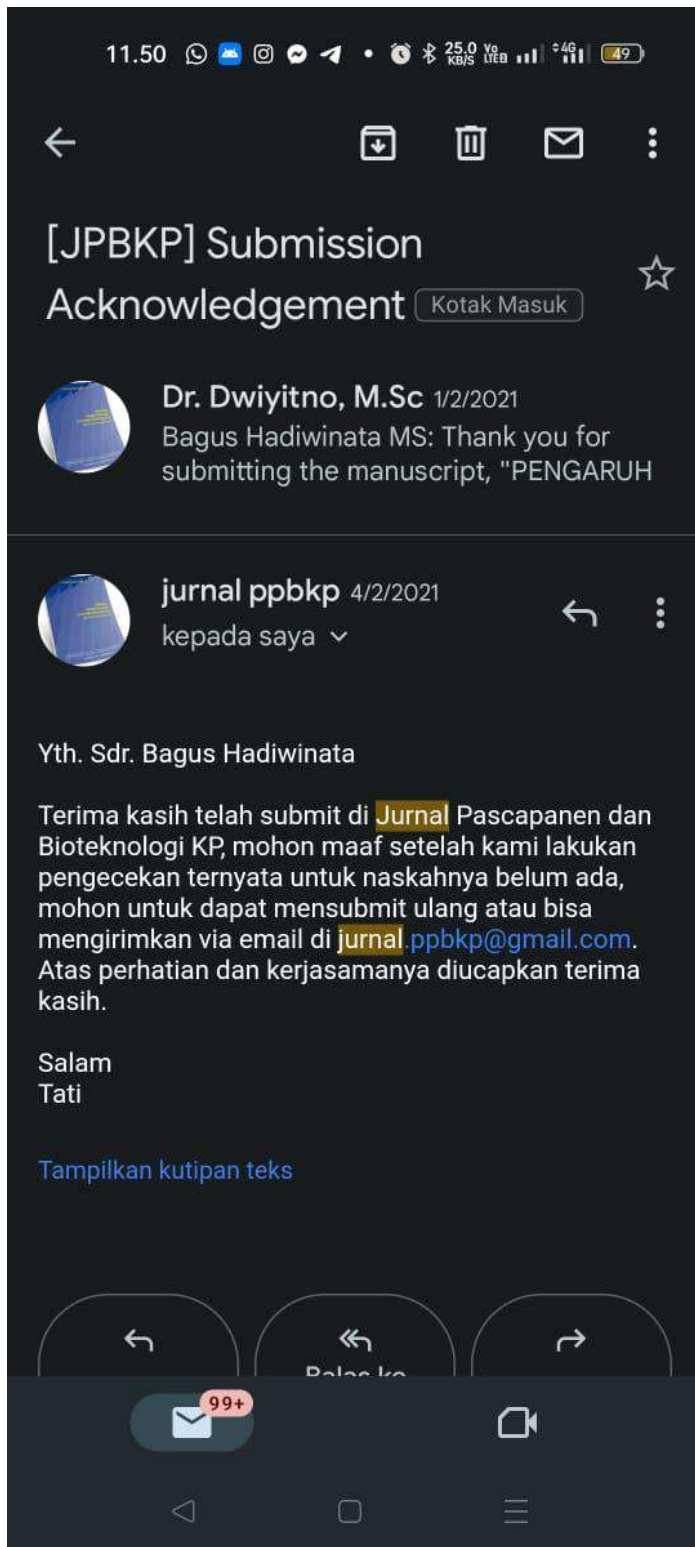


1. Bukti Submission acknowledgment tgl 01/02/2021



EVALUASI MITRA BESTARI

JURNAL PASCAPANEN DAN BIOTEKNOLOGI KELAUTAN DAN PERIKANAN

Judul Naskah : PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK TEPUNG KALSIUM OKSIDA (CaO) DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus sp.*) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

Reviewer :

Mohon *Reviewer* menuliskan seluruh komentarnya dalam form ini (bukan di naskah), agar memudahkan redaksi dan penulis dalam menelaah kesesuaian antara saran dan perbaikan yang harus dilakukan penulis.

Bagian Naskah		Saran Reviewer	Tanggapan Penulis
Komentar Umum		Secara umum saran dari reviewer sudah terakomodasi, tetapi ada beberapa bagian yang perlu ditambahkan	
1.	Judul		
2.	Abstrak	<ul style="list-style-type: none">• Taambahkan hasil analisis statistiknya apakah perlakuan suhu dan waktu berpengaruh	
3.	Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none">•	
4.	Bahan dan Metode	<ul style="list-style-type: none">• Perlu mempertimbangkan analisis statistiknya menggunakan ANOVA one way sehingga terlihat perlakuan mana yang terbaik	
5.	Hasil dan Pembahasan	<ul style="list-style-type: none">• Beberapa Tabel dan Gambar (Tabel 2 dan Gambar 2; Tabel 4 dan Gambar 5) memiliki interpretasi yang sama, pilih salah satu dalam menampilkan• Tambahkan standar eror pada gambar grafik dan anotasi statistiknya sehingga pembaca bisa langsung mengetahui perbedaan masing-masing perlakuan tanpa harus melihat teks hasil• Begitu juga pada Tabel, tambahkan anotasi statistiknya sehingga pembaca bisa langsung mengetahui perbedaan masing-masing perlakuan tanpa harus melihat teks hasil• Pernyataan pada hasil 3.3 Rendemen CaO bertolak belakang dengan hasil analisis statistiknya “Rendemen berat tepung CaO menunjukkan, semakin tinggi suhu	

		dan waktu kalsinasi, maka nilai rendemen akan semakin kecil.”, sedangkan hasil ANOVA tidak berbeda nyata	
6.	Kesimpulan	•	
7.	Daftar Pustaka	Mohon reviewer dapat menelaah penjelasan penulis mengenai: •	
Rekomendasi dari Reviewer		Berdasarkan dari penelaahan ini, maka disarankan naskah ini untuk : 1. Dapat diterima dengan koreksi minor 2. Dapat diterima dengan koreksi mayor 3. Tidak layak untuk dipublikasi	
		Komentar khusus ke <i>Section</i> dan <i>Chief editor</i> (Tidak akan diteruskan ke penulis):	

Tanggal : - - 2020

Reviewer.

EVALUASI MITRA BESTARI
JURNAL PASCAPANEN DAN BIOTEKNOLOGI KELAUTAN DAN PERIKANAN

Judul Naskah : PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK TEPUNG KALSIUM OKSIDA (CaO) DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus sp.*) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

Reviewer :

Mohon Reviewer menuliskan seluruh komentarnya dalam form ini (bukan di naskah), agar memudahkan redaksi dan penulis dalam menelaah kesesuaian antara saran dan perbaikan yang harus dilakukan penulis.

Bagian Naskah	Saran Reviewer	Tanggapan Penulis
Komentar Umum	Secara umum naskah sudah bagus/sesuai kesesuaian alur justifikasi dalam pendahuluan dan pembuktiannya secara ilmiah dalam pembahasan dan data yang disajikan oleh penulisan cukup banyak. Namun banyak hal terkait metode, hasil, pembahasan dan penulisan yang perlu ditulis ulang. Beberapa penulisan kalimat belum mengikuti S+P+O+K. Penggunaan statistik perlu dikaji ulang. Detail mengenai komponen yang perlu diperbaiki, harap melihat naskah.	
1.	Judul	Sudah sesuai dengan naskah
2.	Abstrak	<ul style="list-style-type: none"> • Beberapa kalimat pada abstrak masih perlu diperbaiki, kalimat di dalam abstrak banyak yang rancu (L11-12, L15, L17, L21) • Pada abstrak baris pertama, tujuan penelitian untuk pengembangan prosedur atau mendapatkan Cao dari cangkang rajungan berdasarkan variasi waktu dan suhu Vkalsinasi, disamakan dengan pada bagian pendahuluan • Abstrak pada bahasa inggris mengikuti perbaikannya <ul style="list-style-type: none"> • Kalimat abstrak sudah diperbaiki untuk L11-15, L15, L17, dan L21 • Tujuan penelitian sudah diperbaiki sesuai saran reviewer • Abstrak bahasa Inggris sudah diperbaiki dan disesuaikan dengan abstrak yang terbaru
3.	Pendahuluan	<p>Pada bagian pendahuluan perlu dipebaiki pada bebrapa bagian</p> <ul style="list-style-type: none"> • Riset ini menggunakan cangkang rajungan bukan daging rajungan, sebaiknya kalimat awal muncul mengenai cangkang rajungan, sebagai limbah atau samping industri pengalengan kepiting. Dan <ul style="list-style-type: none"> • Kalimat awal sudah diperbaiki dengan menceritakan cangkang rajungan dan potensinya (L35-L50)

		<p>sebutkan potensinya sebagai bahan baku hidroksiapatit (L42-L58)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Idealnya pada bagian akhir paragraf menjelaskan bahwa suhu kalsinasi sangat tergantung pada tipe sampel atau efisiensi suhu (L 95-96). • Data ini menunjukkan bahwa suhu kalsinasi pada cangkang kepiting dilakukan pada suhu 1000 °C, Kenapa pada penelitian ini melakukan pada suhu 700 dan 800 °C, yang merupakan suhu kalsinasi sedang ? . Atau mungkin jelaskan bahwa pada cangkang rajungan belum ada yang melakukan kalsinasi suhu sedang dan informasi mengenai karakteristik hasil kalsinasinya belum pernah dilaporkan (L 97-95) • Harap cek lagi, kalimat ini membingungkan. Apakah tujuan penelitian ini untuk mendapatkan tepung CaO terbaik, atau untuk menemukan suhu dan waktu kalsinasi yang sesuai sehingga diperoleh tepung kalsinasi yang optimal (L107-108) • Paragraf 4 tertuliskan sumber buka lapak, 2020 namun di daftar pustaka tidak ada 	<ul style="list-style-type: none"> • Suhu kalsinasi sudah menjelaskan tergantung tipe sampel dan efisien suhu pada L79-82 • Alasan pemakaian suhu sedang pada kalsinasi sudah ditambahkan pada L91-92 • Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan tepung CaO terbaik di L95-97 • Sumber buka lapak sudah dihapuskan, karena tidak mengandung unsur sumber ilmiah, diganti dengan sumber Henggu, Ibrahim, & Suptijah, 2019 (L46-48)
4.	Bahan dan Metode	<p>Penggunaan beberapa alat perlu disebutkan secara jelas, merek, jenis dan asal negara serta informasi lainnya apabila ada</p> <ul style="list-style-type: none"> • Penulisan mesin blender Philips belanda kurang lengkap. ditambahkan kecepatan berapa rpm • Kata biasa pada kertas saring dihapus • Alat yang digunakan untuk penepungan, kalsinasi harus disebutkan dengan jelas dilengkapi dengan informasi seris, merek dan negara. Untuk kalsinasi harus dilengkapi dengan presisi alat yang digunakan (L125-126) • Proses kalsinasi dilakukan pada suhu tinggi, sebutkan alatnya apa 	<ul style="list-style-type: none"> • Penulisan blender Philips sudah dilengkapi serinya dan kecepatannya (L110-112) • Kata biasa pada kertas saring sudah dihapuskan (L113-114) • Mesin untuk kalsinasi sudah dilengkapi series, merek dan Negara (L114-115) • Penanganan tepung CaO setelah kalsinasi sudah

		<p>dikuti dengan perusahaan dan negara asal jika ada.. Kemudian apakah ada proses pendingin setelah kalsinasi ?. Harap dilengkapi metodenya (L118-L128)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Bagaimana perlakuan sampel setelah di kalsinasi ? (L127) • Harap cek cara penulisan penggunaan FTIR, biasanya disebutkan sampel di analisa dengan menggunakan FTIR pada bilangan gelombang xxx-xx dengan resolusi (L135-137) • Kata detektor dihapus diganti dengan bilangan gelombang IR tengah • Proses ini biasa disebut pembuatan pellet KBR, metode ini perlu diperbaiki. Lihat referensi cara menjelaskan metode preparasi dan pengujian sampel dengan FTIR. Sebutkan series FTIR yang digunakan diikuti oleh perusahaan dan negara asal di dalam kurung (L139-142) • Rubah urutan dari proses foto SEM, baru EDS (L143 dan L151) • Harap pastikan jumlah sampel yang digunakan, apakah diukur, bayangan saya 2 g sample calcium kering itu akan sangat banyak (L152-153). • Proses analisis kandungan Elemental dilakukan dengan menggunakan EDS, dengan pendekatan semu kualitatif, autor harus menjelaskan apakah rasio itu berdasarkan nilai massa, atau jumlah atom. Bisa lihat penjelasan seperti contoh pada paper ini (19).pdf (upm.edu.my) (L149-150) • Hasil foto SEM pada pembesaran 2000 tidak ada di bagian Hasil dan Pembahasan (L157). • Rumus untuk Analisa derajat kristalinitas tidak jelas, perlu dilengkapi (L164-165) 	<p>ditulis di L120-121</p> <ul style="list-style-type: none"> • Perlakuan sampel setelah kalsinasi sudah dijelaskan di L120-L121 • Penulisan penggunaan analisa FTIR sudah diperbaiki (L135-136) • Kata detector sudah dihilangkan dengan bilangan gelombang • Prosedur FTIR sudah diperbaiki (L133-141) • Urutan proses foto SEM ke EDS sudah dirubah (142-158) • Jumlah sampel sudah diganti 2 mg (L137) • Analisis Elemental hanya menggunakan jumlah massa saja yang terbaca dalam EDS, dan tidak menghitung antar rasio elemental. • Pembesaran dengan SEM hanya memakai pembesaran 1000, untuk 2000 sudah dihapus (L148) • Rumus analisa derajat kristalinitas sudah diperbaiki dengan menambahkan keterangan
--	--	--	--

		<ul style="list-style-type: none"> • Apakah data pada papar ini dilakukan dengan menggunakan Analisa statistik ? bagian mana yang dilakukan analisa statistik. Apakah dilakukan perhitungan Analisa standar deviasi, standar eror?, dibagikan mana besaran standar deviasi dan standar eror itu dilaporkan. Harap ini dicek Kembali (L 167-160). • Tambahkan tujuan penggunaan alat karakterisasi pada setiap poin subbabnya 	<p>rumus (L165-168)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Penulisan metode analisa statistik sudah diperbaiki (L169-174) • Tujuan setiap alat sudah ditambahkan
5.	Hasil dan Pembahasan	<p>Beberapa bagian pada hasil dan pembahasan perlu diperbaiki baik dari segi pencantuman hasil, gambar, statistik maupun pembahasannya. Biasakan menunjukkan hasil terlebih dahulu lalu dibahas bagaimana hasilnya</p> <ul style="list-style-type: none"> • Tabel 1, Harap menambahkan keterangan data sebagai standar deviasi atau standar eror, dan berapa ulangan (L174-176). • Apa yang dimaksud oleh author dengan representative, terhadap apa ?. Kalimat ini tidak efektif, dan berulang-ulang (L177-178) • Memiliki sedikit kadar lemak, atau memiliki sedikit lemak ? (L179-180) • Apakah penulis membandingkan kadar abu dan kadar lemak pada Tabel 1? (L181-L183). • Harap menggunakan frase yang lebih tepat, kadar abur lebih tinggi ? (L185) • Kesimpulan ini terlalu cepat untuk ditaruh di bagian bahan baku, harusnya pada tahap ini masih membahas kemungkinan penggunaan cangkang rajungan sebagai bahan baku hidroksiapatit (L191-193) • Sebaiknya gambar diberi anotasi A, B, C , D dan bagian bawah dekat 	<ul style="list-style-type: none"> • Pada tabel 1, sudah ditambahkan keterangan standard error dan jumlah pengulangan (L181) • Kata-kata representative sudah dihapus untuk menghilangkan kerancuan kalimat (L182) • Kalimat memiliki sedikit kadar lemak, sudah diganti sedikit lemak (L182) • Kalimat membandingkan kadar abu dengan kadar lemak sudah diganti menjadi “kadar abu dibandingkan kadar proksimat lainnya”. (L185-186) • Kata lebih tinggi diganti dengan lebih besar pada kadar abu (L186) • Kalimat terakhir pada bahan baku, sudah diganti dengan , kalsium pada cangkang rajungan memungkinkan dijadikan bubuk hidroksiapatit dengan menambahkan prekursor fosfat. (L194-195) • Gambar sudah diberikan anotasi dan diberikan

		<p>judul diberi keterangan sampel (L197-199)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Penulis perlu membedakan dengan jelas apa itu kalsinasi dan apa produk kalsinasi. Kalsinasi adalah proses, CaO adalah produk kalsinasi (L200) • Serbuk cangkang apa hasil kalsinasi ?, karena di metode dijelaskan ada proses pembuatan serbuk cangkang (L201-202) • Perhitungan rendemen tepung CaO belum disebutkan dimetodologi, apakah dari berat Cangkang, tepung cangkang? atau cangkang basah? (L214-215) • Sebaiknya author menyebutkan hasil terlebih dahulu, dikuti dengan diskusi dan kesimpulan dari tiap parameter nya (L 215-225) • Penulis mengklaim menggunakan statistik, berapa jumlah ulangan yang dilakukan pada penelitian ini ? apakah cukup untuk melakukan two way ANOVA, two way anova idealnya melihat interaksi (L224-L225) • Penggunaan tidak begitu berpengaruh tidak tepat dalam term statistik, harunya tidak berbeda nyata atau berbeda nyata (L224) • Data belum dilengkapi dengan standar deviasi dan standar eror, seperti yang diklaim di bagian metode. Dan informasi mengenai jumlah ulangan (L226-229) • Sebaiknya gambar diberi anotasi A, B, C, D dan bagian bawah dekat judul diberi keterangan sampel. Letakan gambar dalam satu grafik, cek paper yang banyak menggabung FTIR. Tambahkan garis penanda sidik ragam pada bilangan gelombang spesifik (L230-L31) • Pada gambar FTIR, setiap puncaknya tambahkan gugus molekulnya (OH, C-C, dll) tidak hanya bilangan gelombangnya sehingga informasinya lebih lengkap • Di bagian atas penulis menyebutkan 	<p>keterangan (L197-198)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Kalimat sudah dirubah menjadi tepung CaO (L200-204) • Maksud dari kalimat tersebut adalah tepung CaO dan sudah diperbaiki kalimatnya (L200-204) • Perhitungan rendemen telah disebutkan dalam metodologi (L129-132) • Penulis sudah menyebutkan hasil diikuti pembahasan • Penulis sudah memperbaiki kalimat jumlah ulangan dan melakukan uji statistic anova (L221-223) • Penggunaan kalimat tidak begitu pengaruh sudah diganti dengan tidak berbeda nyata (L221-223) • Data sudah dilengkapi standard error (L225-228) • Gambar sudah diberikan anotasi dan keterangan (L229-232) • Gambar sudah dilengkapi informasi gugus fungsinya (L234-235) • Pada bab FTIR sudah
--	--	--	---

		<p>kalsinasi adalah proses penghilangan senyawa organik dan CaO dapat ditambahkan dengan Fosfat untuk memperoleh hidroksiapatit.. Sebaiknya pembahasan hasil FTIR juga membahas bilangan gelombang posisi Ca, hilang senyawa carbon.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Cara pembahasan FTIR ini tidak umum, biasanya FTIR membahas bilangan gelombang dengan gugus apa yang dideteksi Cek papir yang membahas FTIR hidroksiapatit • Apakah ini 1089,15; 1048,30; 962,34; 873,96; 712,55; 603,84; serta 570,89 cm semua penanda phosphate ? (L233-L259) • Apakah OH ini karena sifat sampel yang hidroskopik bagaimana penanganan sampel, tambahkan di metodologi. Karena ir sudah pasti menguap pada suhu 800oC (L257-259). • Sebaiknya gambar diberi anotasi A, B, C, D dan bagian bawah dekat judul diberi keterangan sampel Hasil pembesaran 2000 seperti yang disebutkan di metodologi tidak ada ? (L265-268). Bagaimana melihat tajamnya CaO yang dihasilkan? (272-L273) • Penulis haru memberikan karangan dengan jelas, apakah presentasi yang dipakai ini berdasarkan rasio masa atau jumlah atom? (L279-280) • Apa yang dimaksud dengan kenaikan stabil ?. Harap cek paper lain cara melaporkan hasil ANOVA two way, bagaiman interaksinya ? (L284) • Dengan dus suhu 700 dan 800oC ini tidak relevant, Harap cek Paper lain cara melaporkan (L285) • Apa yang dimaksud dengan kenaikan stabil ?, Harap cek paper lain cara melaporkan hasil ANOVA two way, bagaiman interaksinya ? 	<p>disebutkan pembahasan gelombang Ca yang hilang (L253-262)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Pembahasan FTIR sudah diperbaiki • Bilangan gelombang kurang dari 1000 sudah dihapus karena yang termasuk fosfat, karena bilangan fosfat antara 1000-1100 cm-1 (Riyanto & Maddu, 2014) (L238-251) • Sebab munculnya OH sudah dijelaskan (L269-272) • Gambar sudah diberi anotasi dan keterangan. Keterangan pembesaran sudah direvisi dengan 1000 kali (L280-283) • Uji analisa presentasi menggunakan jumlah massa yang terbaca dari aplikasi EDS (L296-297) • Kata kenaikan stabil sudah dihapus, dan sudah dilakukan revisi cara pelaporan interaksi ANOVA (L298-304) • Kalimat sudah dirubah pada cara pelaporan (L302-304) • Kalimat sudah dirubah pada cara pelaporan (L309-311)
--	--	---	--

		<p>(L291)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Harap cek paper lain cara melaporkan hasil ANOVA two way, bagaimana interaksinya ? (L306-312) • Ini prentasi dari ratio massa apa jumlahe atom ?, Apakah data diikuti standar deviasi atau standar error? (L316) • Data belum dilengkapi dengan standar deviasi dan standar eror, seperti yang diklaim di bagian metode. Dan informasi mengenai jumlah ulangan (L327-330). • Tambahkan perhitungan Ca/P pada table 2 • Yang dinggap kritisalisasi sempurna apa dan kapan ?, . Pelebaran apa yang dimaksud , Pembahasan tentang XRD sangat minim (L345-3460) • Untuk Analisa XRD, sebaiknya ditambahkan pembuktian karakteristik HAP pada system kristal hexagonal dengan Ca/p ratio = 1.67 	<ul style="list-style-type: none"> • Kalimat sudah dirubah pada cara pelaporan (L316-319) • Jumlah massa diikuti dengan standard error (L330) • Data sudah dilengkapi standard error dan jumlah pengulangan (L330) • Tidak dilakukan perhitungan rasio Ca/P, karena masih berbentuk CaO. Besar kemungkinan rasio sangat jauh dari 1,67 karena tingginya jumlah massa kalsium • Kristalisasi sempurna ketika grafik menunjukkan ketajaman tanpa adanya kelonggaran pada gambar. Pembahasan pada XRD sangat minim karena uji hanya dilakukan 1 kali di Balai Uji Fisika LIPI. • Untuk pembahasan belum bisa dilakukan pembuktian Kristal heksagonal, karena rasio masih jauh dari 1,67
6.	Kesimpulan	<ul style="list-style-type: none"> • Kesimpulan sangat Panjang, fokus dengan tujuan yang akan dijawab saja (L349-364) 	Kesimpulan sudah dibuat sesuai tujuan (L369-372)
7.	Daftar Pustaka	<p>Mohon reviewer dapat menelaah penjelasan penulis mengenai:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Ada beberapa sitasi yang digunakan tidak ada didaftar pustaka. coba dicek kembali 	Sitasi seluruhnya sudah dimasukkan
	Rekomendasi dari Reviewer	<p>Berdasarkan dari penelaahan ini, maka disarankan naskah ini untuk :</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Dapat diterima dengan koreksi minor 2. Dapat diterima dengan koreksi mayor 3. Tidak layak untuk dipublikasi 	

	Komentar khusus ke <i>Section</i> dan <i>Chief editor</i> (Tidak akan diteruskan ke penulis):	
--	--	--

Tanggal : - - 2020

Reviewer.

EVALUASI MITRA BESTARI

JURNAL PASCAPANEN DAN BIOTEKNOLOGI KELAUTAN DAN PERIKANAN

Judul Naskah : PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK TEPUNG KALSIUM OKSIDA (CaO) DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus sp.*) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

Reviewer :

Mohon *Reviewer* menuliskan seluruh komentarnya dalam form ini (bukan di naskah), agar memudahkan redaksi dan penulis dalam menelaah kesesuaian antara saran dan perbaikan yang harus dilakukan penulis.

Bagian Naskah	Saran Reviewer	Tanggapan Penulis
Komentar Umum	Secara umum saran dari reviewer sudah terakomodasi, tetapi ada beberapa bagian yang perlu ditambahkan	
1. Judul		
2. Abstrak	<ul style="list-style-type: none">• Taambahkan hasil analisis statistiknya apakah perlakuan suhu dan waktu berpengaruh	Hasil analisis statistis sudah ditambahkan pada Abstrak
3. Pendahuluan	<ul style="list-style-type: none">•	
4. Bahan dan Metode	<ul style="list-style-type: none">• Perlu mempertimbangkan analisis statistiknya menggunakan ANOVA one way sehingga terlihat perlakuan mana yang terbaik	Analisa statistic sudah memakai ANOVA one way
5. Hasil dan Pembahasan	<ul style="list-style-type: none">• Beberapa Tabel dan Gambar (Tabel 2 dan Gambar 2; Tabel 4 dan Gambar 5) memiliki interpretasi yang sama, pilih salah satu dalam menampilkan• Tambahkan standar eror pada gambar grafik dan anotasi statistiknya sehingga pembaca bisa langsung mengetahui perbedaan masing-masing perlakuan tanpa harus melihat teks hasil• Begitu juga pada Tabel, tambahkan anotasi statistiknya sehingga pembaca bisa langsung mengetahui perbedaan masing-masing perlakuan tanpa harus melihat teks hasil• Pernyataan pada hasil 3.3 Rendemen CaO bertolak belakang dengan hasil analisis statistiknya “Rendemen berat tepung CaO menunjukkan, semakin tinggi suhu	<p>Tabel sudah di perbaiki sesuai arahan</p> <p>Gambar grafik sudah dihapus an diganti dengan tabel.</p> <p>Pernyataan “Rendemen berat tepung CaO menunjukkan, semakin tinggi suhu dan waktu kalsinasi, maka nilai rendemen akan semakin</p>

		dan waktu kalsinasi, maka nilai rendemen akan semakin kecil.”, sedangkan hasil ANOVA tidak berbeda nyata	kecil.”dihapus.
6.	Kesimpulan	•	
7.	Daftar Pustaka	Mohon reviewer dapat menelaah penjelasan penulis mengenai: •	
Rekomendasi dari Reviewer		Berdasarkan dari penelaahan ini, maka disarankan naskah ini untuk : 1. Dapat diterima dengan koreksi minor 2. Dapat diterima dengan koreksi mayor 3. Tidak layak untuk dipublikasi	
		Komentar khusus ke <i>Section</i> dan <i>Chief editor</i> (Tidak akan diteruskan ke penulis):	

Tanggal : - - 2020

Reviewer.

1
2
3
4
5
6
7
8
9

PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK TEPUNG KALSIUM OKSIDA (CaO) DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus sp.*) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

(Effect Of Temperature And Time Of Calcination On The Characteristics Of Calcium Oxide
(CaO) Powder From Blue Swimming Crab (*Portunus Sp*) Shells As A Hydroxyapatite Raw
Material)

ABSTRAK

10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25

Penelitian ini bertujuan untuk mengkalsinasi cangkang rajungan (*Portunus sp.*) menjadi tepung kalsium oksida (CaO) sebagai bahan baku sintesis hidroksiapatit. Kalsinasi merupakan salah satu tahapan penting dalam sintesis hidroksiapatit karena kemurnian tepung CaO sangat bergantung pada suhu dan waktu kalsinasi. Pada penelitian ini kalsinasi cangkang rajungan dilakukan pada suhu 700 dan 800 °C selama 4 dan 5 jam. Tepung CaO kemudian diidentifikasi gugus fungsi, morfologi, komposisi dan kristalinitas dengan menggunakan *fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR), *scanning electron microscope* (SEM) dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) dan *X-Ray diffraction* (XRD). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan morfologi yang lebih seragam pada ukurannya, dan pori-pori yang lebih halus dan lebih kecil dibanding kombinasi proses lainnya. Selain itu, kadar kalsium yang dihasilkan pada perlakuan ini lebih besar (91,96±5,07%) dibanding dengan perlakuan lainnya. Hasil analisa XRD pada perlakuan ini menghasilkan derajat kristalinitas sebesar 75%. Dari beberapa hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa proses kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan tepung CaO yang baik untuk dijadikan bahan baku sintesis hidroksiapatit.

Kata kunci : Cangkang rajungan, Kalsinasi, Tepung CaO

ABSTRACT

26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40

*This study aims to calcine the crab shell (*Portunus sp.*) into calcium oxide (CaO) powder as a raw material for hydroxyapatite synthesis. Calcination is one of the important steps in hydroxyapatite synthesis because the purity of CaO powder is very dependent on the temperature and time of calcination. The crab shell calcination was carried out at 700 and 800 °C for 4 and 5 h. The CaO powder were identified its functional groups, morphology, composition and crystallinity using *fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR), *scanning electron microscope* (SEM) with *energy dispersive spectroscopy* (EDS) and *X-Ray diffraction* (XRD). The results showed calcination at 800 °C for 5 hours gave uniform size, and finer and smaller pores compare to others combination process. In addition, the total mass of calcium content produced in this treatment also higher (91.96 ± 5.07%) compare to other treatments with 75% degree of crystallinity using XRD analysis. To be conclude, calcination at 800 °C for 5 h was yielded CaO powder that could be used as the raw material for hydroxyapatite synthesis.*

Keywords: crab shell, calcination, CaO powder

1. PENDAHULUAN

41
42
43

Cangkang rajungan merupakan hasil samping produksi pengolahan rajungan yang belum optimal dimanfaatkan. Dalam industri pengolahan rajungan di Indonesia, sebagian

44 besar rajungan dimanfaatkan dagingnya sebanyak 30,07% sampai 42,1% sebagai produk
45 kaleng (Suharto, Romadhon, & Redjeki, 2016). Dari nilai tersebut, 50%nya merupakan
46 cangkang rajungan yang merupakan limbah produksi. Padahal, cangkang rajungan memiliki
47 kalsium karbonat (CaCO_3) sekitar 40 sampai 70% (Suharto, Romadhon, and Redjeki 2016),
48 yang berperan sebagai pembentuk kalsium untuk hidroksiapatit (Raya, Mayasari, Yahya,
49 Syahrul, & Latunra, 2015). Hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit dan
50 mengandung hidroksida dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (Ngapa 2018). Hidroksiapatit
51 memiliki kadar basa atau netral sebagai komponen utama jaringan tulang yang bersifat
52 rapuh (Yang et al. 2014). Oleh karena itu, cangkang rajungan dapat di ekstraksi kalsiumnya
53 menjadi bahan baku hidroksiapatit. Kebutuhan hidroksiapatit dalam negeri masih sangat
54 kurang. Dalam data BPPT (2015), Indonesia masih mengimpor hidroksiapatit dengan harga
55 Rp. 1,5 miliar per 5 mg untuk perancah tulang (Henggu, Ibrahim, & Suptijah, 2019). Oleh
56 karena itu, cangkang rajungan memiliki potensi sebagai material hidroksiapatit dalam negeri.

57 Pada bidang farmasi, hidroksiapatit berfungsi sebagai *Drug Delivery System*, yaitu
58 media penghantar obat lewat strukturnya yang berpori. Jadi obat-obatan dimasukkan dalam
59 pori-pori hidroksiapatit dan mengirimkan ke area yang akan diobati untuk mencegah
60 osteoporosis atau kerapuhan tulang (Bose, Tarafdel, Edgington, & Bandyopadhyay, 2011).
61 Selain itu, hidroksiapatit berfungsi sebagai anti kanker pada penyakit kanker tulang, dimana
62 hidroksiapatit akan memperbaiki tulang yang terkikis, serta mengisi jaringan tulang yang
63 hilang (Kolmas, Krukowski, Laskus, & Jurkitewicz, 2016). Hidroksiapatit juga diaplikasikan
64 sebagai keramik biokompatibel yang berkontak dengan jaringan tulang (*bone tissue*), dan
65 sebagai pelapis (*coating*) pada implan tulang manusia (Harahap & Helwani 2015).
66 Hidroksiapatit selanjutnya dimanfaatkan sebagai pasta IBS yang disintesis dengan
67 menggunakan radiasi dan dapat digunakan sebagai graft biomaterial (Warastuti & Abbas
68 2011).

69 Sebelum menjadi hidroksiapatit, cangkang rajungan perlu dijadikan tepung kalsium
70 oksida (CaO) untuk menghilangkan unsur karbonat pada CaCO_3 . Keberadaan karbonat
71 dalam cangkang rajungan harus didekomposisi karena akan menghambat pembentukan
72 hidroksiapatit. Proses dekomposisi tersebut membantu menghasilkan kalsium atau tepung
73 CaO yang tinggi (Khoirudin, Yelmida, & Zultiniar, 2017). Tepung CaO merupakan salah satu
74 prekursor kalsium pada hidroksiapatit yang direaksikan dengan fosfat sehingga membentuk
75 rasio kalsium dan pospor (Ca/P). Salah satu tanda hidroksiapatit terbaik adalah adanya
76 rasio Ca/P dengan nilai 1,67 (Kantharia et al. 2014). Oleh karena itu perlu dilakukan metode
77 perlakuan untuk mengubah cangkang rajungan menjadi tepung CaO .

78 Metode kalsinasi bertujuan melepaskan unsur-unsur karbonat pada cangkang
79 rajungan. Metode ini merupakan reaksi endotermik, dimana membutuhkan panas dari luar
80 untuk melepas kandungan air, senyawa organik, serta CO_2 pada sampel (Supangat and
81 Cahyaningrum 2017). Prinsip metode ini yaitu melakukan sistem pembakaran tanpa
82 menggunakan udara untuk melepaskan zat yang mudah terbakar seperti CO , CH_4 , H_2 , serta
83 yang tidak mudah terbakar seperti CO_2 dan H_2O . Proses kalsinasi dapat dilakukan pada
84 suhu 500 – 700 °C untuk temperatur rendah, suhu 700 – 900 °C untuk temperatur sedang,
85 dan >900 °C untuk temperatur tinggi (Handayani, Zuhrayani, Putri, & Nanda, 2020). Oleh
86 karena itu, temperatur kalsinasi sangat menentukan CaO yang dihasilkan, selain itu faktor
87 bahan baku dan waktu pemanasan yang dipakai juga akan menentukan kualitas tepung
88 CaO tersebut.

89 Dalam penelitian sebelumnya, kalsinasi cangkang landak laut pada suhu 600 °C
90 selama 2 jam, menghasilkan tepung CaO dengan kadar kalsium $25,53 \pm 2,5\%$ (Cahyono,
91 Jonas, Lalenoh, & Kota, 2019). Selanjutnya, pada cangkang kepiting yang dikalsinasi
92 menjadi tepung CaO dengan suhu 1000 °C selama 6 dan 10 jam, menghasilkan warna yang
93 putih dengan struktur kristal, tetapi tidak berbentuk amorf (Malau and Azzahra 2020). Pada
94 penelitian cangkang rajungan Rizkayanti dan Yusuf (2019), telah dilakukan penelitian
95 tentang kalsinasi CaO dengan suhu 1000 °C selama 3 jam, tetapi belum diketahui
96 bagaimana karakteristik kadar kalsium, gugus fungsi yang terbentuk, serta derajat
97 kristalinitasnya. Selain itu, belum ada penelitian yang menjelaskan hasil tepung CaO dari
98 cangkang rajungan dengan pemakaian suhu sedang.

99 Oleh karena itu, penelitian ini mencoba mengetahui karakteristik tepung CaO dari
100 cangkang rajungan, dengan perlakuan suhu di level sedang dengan waktu berbeda.
101 Tujuannya adalah untuk mendapatkan tepung CaO terbaik dari 4 perlakuan kalsinasi
102 terhadap rendemen, gugus fungsi, morfologi, kadar kalsium, fosfat, dan oksida, serta
103 persentase kristalinitas sebagai bahan dasar hidroksiapatit.

104 **2. BAHAN DAN METODE**

105 **2.1. Bahan**

106 Bahan utama yang dipakai pada penelitian ini adalah cangkang rajungan yang berasal
107 dari unit pengolahan rajungan di TPI Pasir Putih, Karawang Jawa Barat. Cangkang rajungan
108 semi basah dikemas dalam karung untuk kemudian diangkut menuju Balai Besar Riset
109 Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan (BBRP2B-KP) di Jakarta.

110 **2.2. Metode**

111 Tahapan kalsinasi cangkang rajungan mengacu pada metode Rizkayanti dan Yusuf
112 (2019). Cangkang rajungan semi basah dicuci menggunakan air bersih segera setelah
113 sampai di Laboratorium. Cangkang dibersihkan dari kotoran dan sisa daging yang
114 menempel dengan cara menyikat cangkang. Cangkang yang telah disikat kemudian dicuci
115 kembali dengan air bersih. Cangkang yang telah bersih dijemur dengan menggunakan para
116 hingga kering selama 2 hari. Cangkang kering selanjutnya dihancurkan dengan mesin
117 blender HR2106 (*philips*, Belanda) dengan kecepatan 30 rpm. Tujuan pemakaian blender
118 adalah proses nya yang cepat dan kapasitas mesin yang mampu menghancurkan cangkang
119 rajungan sampai sedikit halus. Setelah dihancurkan, cangkang kemudian disaring dengan
120 kertas saring 100 mesh.

121 Tepung cangkang rajungan selanjutnya dikalsinasi dengan mesin furnace 6000
122 (*barnstead*, USA). Tujuan pemakaian mesin furnace ini karena mampu mengkalsinasi
123 sampel sampai 1000 °C, selain itu, mesin ini aman dan mudah untuk digunakan. pada suhu
124 level sedang, yaitu dengan suhu 700, dan 800 °C serta dengan variabel waktu selama 4 dan
125 5 jam. Penggunaan kalsinasi tepung CaO dari cangkang rajungan dengan suhu sedang
126 dikarenakan belum pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya.

127 Setelah kalsinasi, suhu pada mesin furnace diturunkan sampai 300 °C, selanjutnya
128 mesin furnace dimatikan, dan tepung CaO dibiarkan dalam furnace selama 5 jam. Tepung
129 CaO yang dihasilkan kemudian dilakukan pengangkatan dengan spatula ke dalam
130 desikator. Tepung CaO didiamkan selama 3 jam. Tepung CaO yang dihasilkan selanjutnya
131 dilakukan perhitungan rendemen, analisa gugus fungsi, derajat kristalinitas, morfologi, dan
132 kadar kalsium, fosfat, oksida, serta karbon.

133 **2.3. Analisa proksimat cangkang rajungan**

134 Cangkang rajungan yang sudah disaring, kemudian diambil sampel untuk dianalisa
135 proksimat. Analisa proksimat dilakukan meliputi kadar air (SNI 01-2354.2:2006), kadar
136 lemak (SNI 01-2354.3-2006), kadar protein (SNI 01-2354.4-2006), dan kadar abu (SNI
137 2354.1:2010).

138 **2.4. Perhitungan Rendemen**

139 Perhitungan rendemen dilakukan dengan membandingkan berat tepung CaO,
140 dibandingkan dengan tepung cangkang rajungan kering sebelum proses kalsinasi.
141 Selanjutnya hasil pembagian dikalikan 100% untuk mendapatkan presentase rendemen
142 tepung CaO.

143 **2.5. Analisa gugus fungsi**

144 Analisa gugus fungsi menggunakan instrument mesin *Spectrum One FTIR (fourier*
145 *transform infrared spectroscopy)*, seri C69526 (*Perkin Elmer Precisely*, Jerman) yang
146 mampu membaca bilangan gelombang 4.000-400 cm^{-1} dengan resolusi 4 cm^{-1} . Sebelum
147 dilakukan analisa gugus fungsi sampel dipelletkan dengan KBr. Sebanyak 2 mg sampel

148 dicampur dengan pellet KBr dengan perbandingan 1/100, selanjutnya dimasukkan ke dalam
149 logam untuk dilakukan pengepresan dan pemvakuman dengan tekanan 7 ton selama 15
150 menit. sampel yang sudah di vakum selanjutnya dimasukkan ke instrumen FTIR. Langkah
151 selanjutnya adalah pembacaan gelombang gugus fungsi dengan aplikasi *spectrum 9*.

152 **2.6. Analisa morfologi**

153 Analisa morfologi menggunakan instrument SEM (*Scanning Electron Microscopy*).
154 Tepung CaO diambil secara *swab*, diletakkan pada plat logam tembaga yang berbentuk
155 bulat (*sample holder*). Selanjutnya, dilakukan proses pelapisan (*coating*) selama 1 menit
156 dengan lapisan emas, agar sampel memiliki sifat konduktif. Mikrostruktur tepung CaO
157 diamati menggunakan aplikasi software *JEOL 6000*, serta diambil gambarnya dengan
158 perbesaran hingga 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan pada akselerasi tegangan 20 kV.

159 **2.7. Analisa Persentase Kalsium, Fosfat, Karbon, dan Oksida**

160 Analisa persentase kadar kalsium, fosfat, dan oksida menggunakan SEM (*Scanning*
161 *Electron Microscopy*), yang sudah dilengkapi EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk
162 menentukan persentase kadar kalsium, fosfat, dan oksida. Tepung CaO diambil secara
163 *swab*, diletakkan pada plat sampel (*sample holder*). tepung CaO diamati menggunakan
164 aplikasi software *JEOL 6000*, dengan perbesaran 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan
165 pada akselerasi tegangan 20 kV. Selanjutnya objek diambil secara area, selanjutnya
166 dilakukan analisa terhadap persentase kalsium, fosfor, dan oksida. Jumlah massa yang
167 dihasilkan oleh software dijadikan dasar dalam perhitungan persentase kadar kalsium,
168 fosfat, karbon, dan oksida.

169 **2.8. Analisa derajat kristalinitas**

170 Analisa persentase kristalinitas tepung CaO dilakukan di Laboratorium Pusat
171 Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Serpong, Tangerang
172 Selatan. Analisa persentase derajat kristalinitas dilakukan dengan metode kuantitatif
173 menggunakan instrument *X-ray Diffraction* tipe *Rigaku Smartlab*, selanjutnya hasil analisa
174 dilakukan perhitungan dengan rumus di bawah ini berdasarkan Purwasasmita dan Gultom
175 (2008).

$$176 \% \text{ Kristalinitas} = 1 - ((V_{110-1300})/I_{300}) \times 100\%$$

177 Keterangan;

178 $V_{110-1300}$ = puncak terendah antara puncak hasil difraksi 112 sampai 300

179 I_{300} = intensitas puncak yang dihasilkan V_{300}

180 **2.9. Analisa Statistik**

181 Data diolah menggunakan dengan aplikasi SPSS seri 23 dalam mengolah nilai rata-
182 rata, dan standar error pada analisa proksimat, perhitungan rendemen, serta analisa jumlah
183 kadar kalsium, fosfat, karbon, dan oksida. Serta pemakaian *analysis of varian* (ANOVA) *two*
184 *ways* untuk menganalisa perbedaan nyata atau tidaknya pada perhitungan rendemen, serta
185 pada analisa jumlah kadar kalsium, fosfat, karbon, dan oksida.

186 **3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

187 **3.1. Analisa Proksimat Cangkang Rajungan**

188 Hasil pengujian proksimat cangkang rajungan dapat dilihat pada tabel 1. Hasil yang
189 ditampilkan merupakan hasil analisa dari 3 kali ulangan dan standard error.

190

191

192

193 Tabel 1. Hasil Standar Error Analisa Proksimat Cangkang Rajungan

194 *Table 1. Results of Standard Error of Analysis of Proximate Of Crab Shell*

PROKSIMAT/ Proximate	Air/Moisture	Abu/Ash	Lemak/Fat	Protein/Protein
Nilai Rata-Rata dan Standar Error/ Average Value and Standard Error (%)	7.36±0.001	63.12±0.004	0.28±0.004	13.18±0.006

195 Ket: n = 3

196 Cangkang rajungan memiliki sedikit lemak dan air dengan rata-rata masing-masing
197 0,28±0,004% dan 7,36±0,001%. Tetapi, cangkang rajungan memiliki kadar abu yang tinggi
198 sekitar 63,12±0,004%. Sedangkan protein, hanya sekitar 13,18±0,006%. Tingginya kadar
199 abu menggambarkan unsur mineral dan kekerasan cangkang rajungan. Kadar abu pada
200 cangkang rajungan lebih besar dibandingkan dengan kadar proksimat lainnya. Hal tersebut
201 juga dibuktikan pada penelitian Lubena et al. (2020), yang menyatakan cangkang rajungan
202 mengandung kadar abu lebih besar 44,03%, daripada kadar protein 29,91%, dan kadar air
203 0,45%. Semakin besar kadar abu dibandingkan kadar protein, maka cangkang rajungan
204 semakin keras dan memiliki kandungan mineral yang tinggi (Kusumaningrum, Sutono, &
205 Fajar, 2016). Dalam kandungan mineral terdapat mineral makro yaitu Ca, Mg, Na, dan K
206 (Hafiludin 2015). Hal ini berarti cangkang rajungan dapat dijadikan sebagai tepung kalsium
207 oksida (CaO) karena memiliki nilai kadar abu yang tinggi dibandingkan kadar protein, air,
208 dan lemak. Artinya, kalsium pada cangkang rajungan memungkinkan dijadikan bubuk
209 hidroksiapatit dengan menambahkan prekursor fosfat.

210 3.2. Penampakan Tepung CaO Cangkang Rajungan

211 Hasil penampakan tepung CaO dapat dilihat pada Gambar 1.



Keterangan / ;
Information
A. Bubuk CaO 700 °C 4 jam/ 700 °C CaO powder 4 hours
B. Bubuk CaO 700°C 5 jam/ 700 °C CaO powder 4 hours
C. Bubuk CaO 800°C 4 jam/ 800 °C CaO powder 4 hours
D. Bubuk CaO 800°C 5 jam/ 800 °C CaO powder 4 hours

212 Gambar 1. Tepung CaO hasil kalsinasi tepung cangkang rajungan
213 Figure 1. CaO powder from calcination of crab shell powder

214 Hasil penampakan tepung CaO dengan suhu 700 °C selama 4 jam memiliki warna
215 putih kehitaman, artinya belum sepenuhnya menghasilkan warna yang seragam. Selain itu,
216 tekstur tepung CaO masih kasar dan belum sepenuhnya menjadi abu. Untuk suhu 700 °C

Commented [g1]: Tepung CaO hasil kalsinasi tepung cangkang rajungan pada berbagai perlakuan suhu dan waktu kalsinasi. A: Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam; B: 700°C selama 5 jam; C: 800 °C selama 4 jam; D: 800°C selama 5 jam.?

217 selama 5 jam, penampakan tepung CaO hampir seluruhnya putih, tetapi masih ada
218 cangkang yang berwarna kehitaman.

219 Tepung CaO pada perlakuan suhu 800°C selama 4 jam telah menjadi putih
220 sedikit kemerahan. Sedangkan, pada saat dikalsinasi 5 jam, tekstur tepung CaO sangat
221 halus dan mulai menunjukkan warna putih seragam. Menurut Kusriani dan Sontang (2012),
222 warna tepung CaO setelah kalsinasi berwarna hitam, menandakan bahwa dekomposisi
223 matriks organik seperti protein dan kolagen tidak sempurna. Sedangkan warna putih
224 menandakan sebaliknya dalam hal dekomposisi matriks organik yang sempurna (Rosalina,
225 Pascawinata, & Roesnoer, 2017). Berdasarkan morfologi hasil kalsinasi tepung CaO, maka
226 dipilih perlakuan 800 °C selama 5 jam yang menghasilkan warna putih dan tekstur halus.

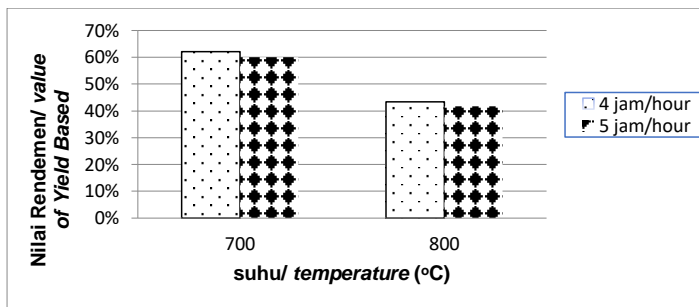
227 **3.3. Rendemen Tepung CaO**

228 Berdasarkan jumlah perhitungan rendemen sebanyak 2 kali pengulangan proses,
229 perlakuan suhu 700 °C selama 4 jam menghasilkan rendemen terbesar yaitu 62,10±1,43%,
230 sedangkan pada perlakuan 800 °C selama 5 jam yaitu sebesar 41,68±0,02%. Rendemen
231 berat tepung CaO menunjukkan, semakin tinggi suhu dan waktu kalsinasi, maka nilai
232 rendemen akan semakin kecil. Hal ini disebabkan banyaknya berat karbon yang hilang pada
233 cangkang, karena perlakuan suhu dan waktu kalsinasi. Semakin rendah persentase
234 rendemen, maka semakin baik dekomposisi CO₂ sehingga CaO yang dihasilkan sempurna
235 (Handayani et al., 2020). Berdasarkan ANOVA two ways, suhu dan waktu kalsinasi tidak
236 berbeda nyata terhadap perhitungan rendemen, hal ini dibuktikan dengan nilai signifikan
237 lebih dari 0,05 yaitu 0,434. Hasil perhitungan rendemen tepung CaO sesudah kalsinasi,
238 dapat dilihat pada Tabel 2 dan Gambar 2.

239 Tabel 2. Hasil Perhitungan Standar Error Rendemen Tepung CaO Cangkang Rajungan
240 Table 2. Results of Calculation of Standard Error of Yield of Crab Shell CaO Powder

Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time Of Calcination	700°C 4 jam/ 700°C 4 hours	700°C 5 jam/ 700°C 5 hours	800°C 4 jam/ 800°C 4 hours	800°C 5 jam/ 800°C 5 hours
Rata-rata dan Standar Error Rendemen/ Average and Standard Error of Yield (%)	62.10±1.43	60.07±0.09	43.38±0.19	41.68±0.02

241 Ket : n = 6 (n per proses = 3)



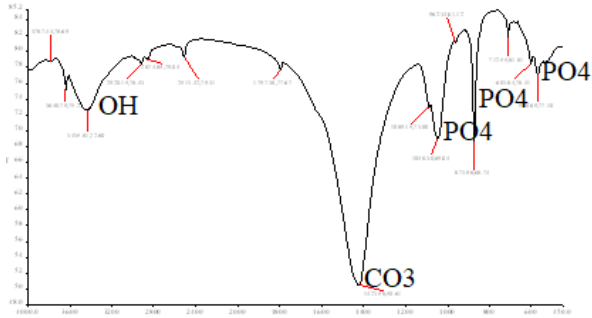
242 Gambar 2. Perbandingan Rendemen Berdasarkan Pengaruh Suhu dan Waktu.
243 Figure 2. Comparison of Yield Based on The Influence of Temperature and Time.
244

245 **3.4. Analisa Karakteristik Gugus Fungsi Tepung CaO Cangkang Rajungan**

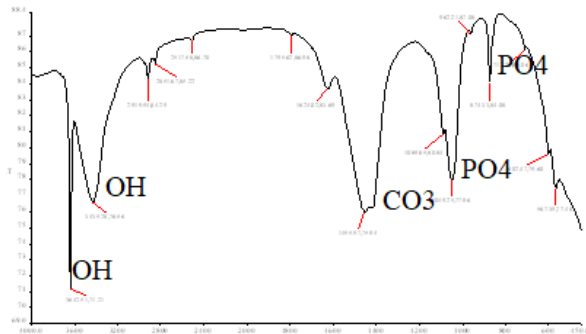
246 Hasil analisa karakteristik gugus fungsi dapat dilihat pada Gambar 3.

Commented [g2]: Pernyataan ini bertentangan dengan kalimat sebelumnya "Rendemen berat tepung CaO menunjukkan, semakin tinggi suhu dan waktu kalsinasi, maka nilai rendemen akan semakin kecil."
Atau apakah memungkinkan analisis statistiknya dirubah menjadi one way ANOVA? Sehingga masing-masing perlakuan akan terlihat perbedaannya

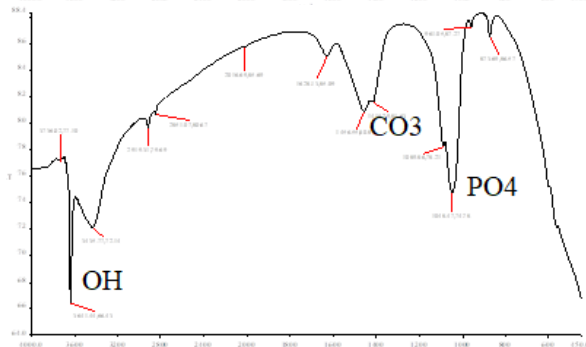
Commented [g3]: Tabel ini sama dengan Gambar 2, pilih salah satu
Jika mneggunkan grafik tambahkan standar error pada grafik tersebut dan anotasi statistiknya



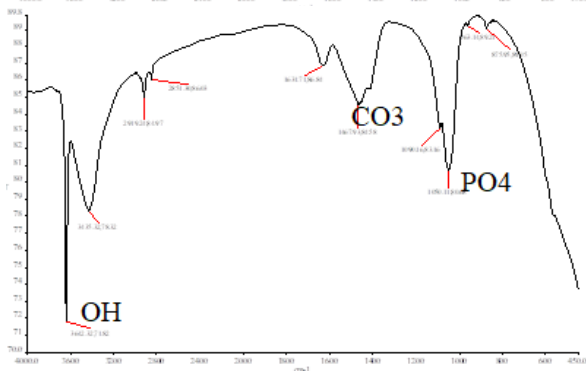
A



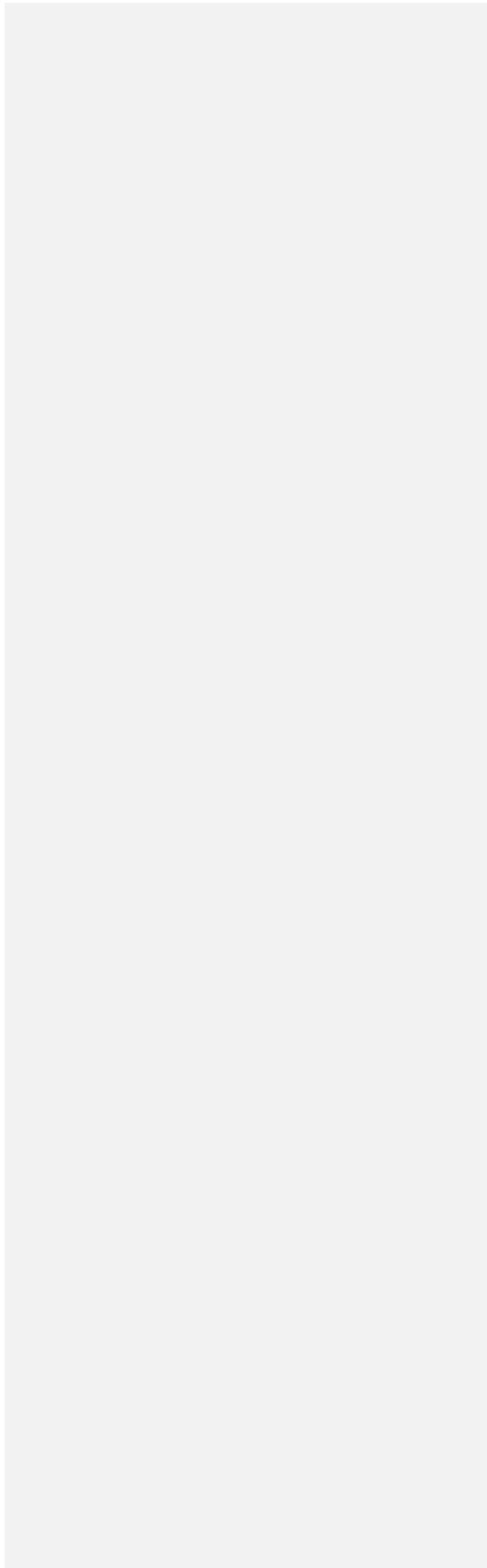
B



C



D



- Keterangan/ Information ; A. Hasil grafik gugus fungsi dengan kalsinasi dengan suhu 700°C selama 4 jam/
Result of graphic of molecule groups with calcination at 700 °C for 4 hours
 B. Hasil grafik gugus fungsi dengan kalsinasi dengan suhu 700°C selama 5 jam/
Result of graphic of molecule groups with calcination at 700 °C for 5 hours
 C. Hasil grafik gugus fungsi dengan kalsinasi dengan suhu 800°C selama 4 jam/
Result of graphic of molecule groups with calcination at 800 °C for 4 hours
 D. Hasil grafik gugus fungsi dengan kalsinasi dengan suhu 800°C selama 5 jam/
Result of graphic of molecule groups with calcination at 800 °C for 5 hours

248 Gambar 3. Hasil Analisa Gugus Fungsi Tepung Cao Cangkang Rajungan
 249 *Figure 3. Results of Analysis of Molecule Groups of Cao Powder From Crab Shells*

250 Hasil analisa gugus fungsi pada Gambar 3 menjelaskan bahwa, gugus fosfat (PO_4^{3-})
 251 muncul pada perlakuan suhu 700 °C selama 4 jam terdeteksi sebanyak tujuh lengkungan
 252 tajam pada gelombang 1089,15; dan 1048,30 cm^{-1} . Selanjutnya pada perlakuan 700 °C
 253 selama 5 jam masih terdapat tujuh lengkungan tajam, tetapi terjadi peningkatan pada
 254 gelombang PO_4^{3-} 1089,85; dan 1049,25 cm^{-1} . Sedangkan pada perlakuan 800 °C,
 255 berkurangnya lengkungan tajam menjadi empat yaitu pada saat 4 jam dengan gelombang
 256 1089,86; dan 1048,47 cm^{-1} , serta saat 5 jam dengan gelombang 1090,16; dan 1050,11 cm^{-1} .
 257 Berkurangnya lengkungan tajam, menandakan bahwa kandungan fosfat pada tepung CaO
 258 berkurang. Pada empat perlakuan menandakan sudah ada unsur fosfat pada tepung CaO,
 259 karena pada hidroksiapatit dibentuk oleh fosfat dengan ditandai pada gelombang 1000-1100
 260 cm^{-1} (Riyanto & Maddu, 2014). Keberadaan gugus fosfat menandakan bahwa tepung CaO
 261 dapat dijadikan bahan baku hidroksiapatit (Supangat & Cahyaningrum, 2017). Oleh karena
 262 itu, keberadaan gugus PO_4^{3-} pada perlakuan suhu 800 °C selama 5 jam mengindikasikan
 263 sebagai perlakuan terbaik sementara, dalam kalsinasi tepung CaO cangkang rajungan.

264 Masih terdapat gugus fungsi karbonat (CO_3^{2-}) pada seluruh perlakuan. Indikasi adanya
 265 gugus fungsi karbonat terdapat pada gelombang 1400-1500 cm^{-1} (Hanura, Trilaksani, &
 266 Suptijah, 2017). Hal ini ditandai dengan munculnya gelombang CO_3^{2-} pada perlakuan 700 °C
 267 selama 4 jam sebesar 1423,58 cm^{-1} , dan pada saat 5 jam sebesar 1455,97 cm^{-1} . Sedangkan
 268 pada perlakuan suhu 800 °C selama 4 jam, gelombang CO_3^{2-} sebesar 1456,55 cm^{-1} , dan
 269 saat 5 jam sebesar 1467,93 cm^{-1} . Munculnya gugus fungsi CO_3^{2-} disebabkan munculnya
 270 karbon dioksida dari udara bebas saat pengangkatan tepung CaO dari furnace ke desikator.
 271 Selain itu, pengerjaan di ruang terbuka menyebabkan karbon dioksida masuk ke dalam
 272 tepung CaO. Pengkalsinasian di ruangan bebas mengakibatkan munculnya karbon dioksida
 273 pada sampel hasil kalsinasi (Kurniawan, Hartini, & Cahyanti, 2019).

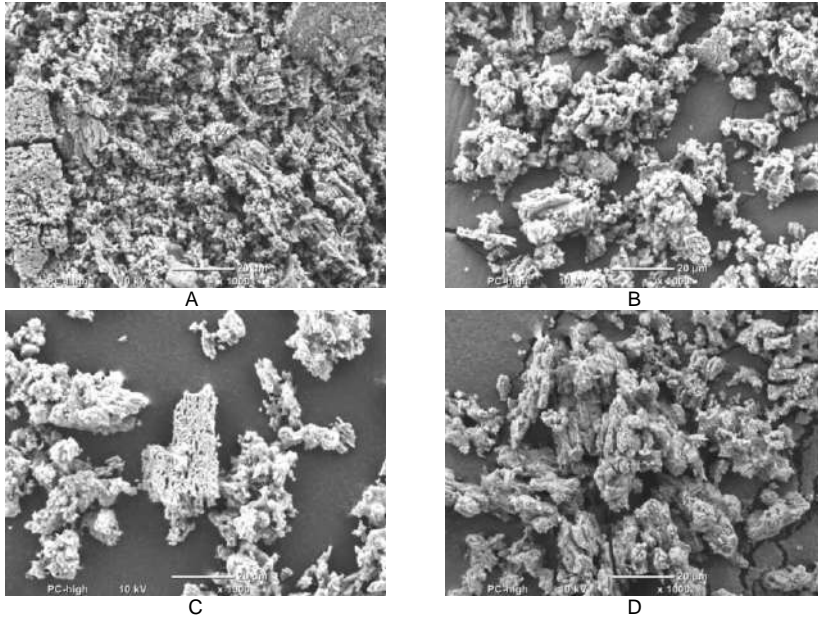
274 Gugus hidroksil (OH^-) juga terjadi perlakuan kalsinasi pada suhu 700 °C selama 4 jam
 275 sekitar 3746,02; 3641,44; dan 3435,77 cm^{-1} . Sedangkan pada waktu 5 jam, gelombang OH^-
 276 3642,32 dan 2919,24 cm^{-1} . Untuk perlakuan kalsinasi cangkang rajungan pada suhu 800 °C
 277 selama 4 jam, gelombang OH^- sekitar 3642,51 dan 3435,28 cm^{-1} . Sedangkan pada waktu 5
 278 jam, gelombang OH^- 3787,44, dan 3640,79 cm^{-1} . Pada suhu 800 °C selama 5 jam, terlihat
 279 bahwa lengkungan tajam pada gelombang 3640,79 cm^{-1} masih ada. Hal ini menandakan
 280 bahwa pemanasan dalam pelepasan H_2O kurang sempurna. Hilangnya lengkungan tajam
 281 pada gelombang 4000-3000 cm^{-1} , menandakan bahwa dekomposisi H_2O berjalan dengan
 282 baik (Sunardi, Utami Irawati, & Wianto 2011). Masih adanya gugus OH^- disebabkan
 283 penyimpanan tepung CaO yang terlalu lama di dalam furnace selama 5 jam setelah furnace.

284 Berdasarkan hasil analisa gugus fungsi, maka variabel perlakuan kalsinasi 800 °C
 285 menjadi yang terbaik. Hal ini ditandai dengan rendahnya gugus OH^- . akan tetapi, hal
 286 tersebut perlu dilakukan analisa morfologi dan kadar kalsium fosfat untuk memastikan
 287 perlakuan terbaik dari kalsinasi tepung CaO.

288 3.5. Analisa Morfologi Tepung CaO

289 Hasil analisa morfologi tepung CaO dapat dilihat pada Gambar 4 dengan pembesaran
 290 1000 kali.

Commented [g4]: Hasil Analisa Gugus Fungsi Tepung Cao Cangkang Rajungan dari beberapa perlakuan waktu dan suhu kalsinasi. A: Kalsinasi suhu 700°C selama 4 jam; B: 700°C selama 5 jam; C: 800°C selama 4 jam; D: 800°C selama 5 jam?



- Keterangan/
information ; A. Morfologi tepung CaO dengan kalsinasi suhu 700°C selama 4 jam/
Morphology of CaO powder by temperature calcination at 700 °C for 4 hours
B. Morfologi tepung CaO dengan kalsinasi suhu 700°C selama 5 jam/
Morphology of CaO powder by temperature calcination at 700 °C for 5 hours
C. Morfologi tepung CaO dengan kalsinasi suhu 800°C selama 4 jam/
Morphology of CaO powder by temperature calcination at 800 °C for 4 hours
D. Morfologi tepung CaO dengan kalsinasi suhu 800°C selama 5 jam/
Morphology of CaO powder by temperature calcination at 800 °C for 5 hours

291 Gambar 4. Hasil Analisa Morfologi Tepung CaO
292 *Figure 4. Morphological Analysis Results of CaO Powder*

293 Hasil analisa morfologi dengan pembesaran 1000 kali menunjukkan bahwa cangkang
294 rajungan yang telah dikalsinasi membentuk aglomerasi atau gumpalan. Hal ini sesuai
295 dengan (Ichsan, Helwani, & Zultiniar, 2015) bahwa setelah proses kalsinasi, morfologi
296 tepung CaO berbentuk gumpalan. Terdapat hampir kesamaan antara gambar a sampai c,
297 dimana tepung kalsium berbentuk gumpalan datar berpori, serta masih terdapat granula
298 yang tidak seragam. Permasalahan pada tepung CaO A sampai C adalah, bentuk morfologi
299 partikelnya yang masih kasar. Hal ini terlihat berbeda dari tepung CaO D, dimana bentuk
300 partikelnya mulai halus dan tidak kasar pada permukaannya. Morfologi CaO yang tajam
301 dapat menyebabkan peradangan sampai melukai jaringan pada tubuh, sehingga
302 memungkinkan membahayakan (Dorozhkin 2010). Untuk gambar d, terlihat bentuk sudah
303 mulai halus dan pori sedikit kecil. Semakin besar suhu pemanasan, maka akan
304 mengakibatkan pengecilan hingga penutupan pori-pori, serta akan menghilangnya batas-
305 batas dari granula tersebut (Kurniawan, Nizar, Rijal, Bagas, & Setyarsih, 2014).

306 3.6. Analisa Persentase Jumlah Massa Kalsium (Ca), Fosfat (P), dan Oksida (O), dan 307 Karbon (C) Tepung CaO Cangkang Rajungan

308 Hasil analisa persentase jumlah massa kalsium, fosfat, oksida, dan karbon tepung
309 CaO (Tabel 3) menunjukkan bahwa, persentase kadar kalsium mengalami kenaikan dari
310 34,65% menjadi 78,61±4,58% setelah dikalsinasi dengan suhu 700 °C. Persentase kalsium

Commented [g5]: Hasil Analisa Morfologi Tepung CaO dari beberapa perlakuan waktu dan suhu kalsinasi. A: Kalsinasi suhu 700°C selama 4 jam; B: 700°C selama 5 jam; C: 800°C selama 4 jam; D: 800°C selama 5 jam?

311 mengalami kenaikan mulai dari suhu 700 °C sebesar 78,61±4,58% sampai dengan
 312 perlakuan 800 °C selama 5 jam hingga mencapai 91,96±5,07%. Hasil analisa statistik
 313 menunjukkan, suhu dan waktu kalsinasi tidak berbeda nyata pada jumlah massa kalsium
 314 tepung CaO ($p > 0,05$).

315 Untuk persentase kadar fosfat, mengalami kenaikan dari 1,65% pada bahan baku
 316 sampai pada perlakuan 700 °C selama 5 jam menjadi 3,84±1,52%. Akan tetapi, pada
 317 perlakuan suhu 800 °C terjadi penurunan persentase kadar fosfat sebanyak 5,09±2,72%,
 318 sehingga jika dipanaskan pada suhu tersebut, kandungan fosfat akan mengalami
 319 dekomposisi. Hasil Analisa statistik menunjukkan bahwa suhu dan waktu kalsinasi tidak
 320 berbeda nyata pada jumlah masa fosfat tepung CaO ($p > 0,05$).

321 Kadar oksida, mengalami penurunan yang signifikan. Semakin tinggi perlakuan suhu
 322 dan waktu, maka semakin rendah kadar oksida, dari 11,07% pada bahan baku cangkang
 323 rajungan, menjadi 2,63±1,27% pada perlakuan 800 °C selama 5 jam. Hal ini disebabkan
 324 penguapan saat kalsinasi yang menyebabkan lepasnya kandungan oksida pada cangkang
 325 rajungan. Hasil stastitik juga menunjukkan bahwa waktu kalsinasi tidak berbeda nyata
 326 terhadap kenaikan oksida tepung CaO ($p > 0,05$). Namun suhu diketahui berpengaruh nyata
 327 terhadapp kenaikan kadar oksida ($p < 0,05$).

328 Persentase jumlah massa karbon menandakan pembakaran saat kalsinasi sempurna
 329 dalam hal mendekomposisi kandungan karbon pada cangkang rajungan. Persentase karbon
 330 terbesar terdapat pada suhu 700 °C selama 4 jam sebanyak 8,76±2,76%. Sedangkan yang
 331 paling kecil kadar karbonnya terdapat pada suhu 800 °C selama 5 jam sebesar 3,14±1,49%.
 332 Berdasarkan hasil uji statistik , suhu dan waktu kalsinasi tidak berbeda nyata pada jumlah
 333 massa karbon tepung CaO ($p > 0,05$).

334 Tabel 3. Hasil Standar Error Analisa Jumlah Massa Persentase Ca, P, dan O, Dan C
 335 Tepung CaO dengan Instrumen SEM Dengan 2 Kali Pengulangan

336 Table 3. Results of Standard Error of Percentage Analysis of Ca, P, and O, and C CaO
 337 Powder with SEM Instruments With 2 Repetitions

NO	Suhu/ Temperature (°C)	Jam /hour	Ca (%)	P (%)	O (%)	C (%)
1	Cangkang rajungan/ Crab shell		34.65	1.65	11.07	49.49
2	700	4	78.61± 4.58	3.84±1.52	8.79±4.93	8.76±2.76
3	700	5	80.36± 2.27	5.12±3.54	6.60±0.90	4.33±0.32
4	800	4	89.88± 0.39	2.40±0.39	4.21±0.99	3.51±0.31
5	800	5	91.96± 5.07	5.09±2.72	2.63±1.27	3.14±1.49

338 Berdasarkan hasil analisa EDS, dapat disimpulkan perlakuan terbaik adalah pada
 339 suhu 800 °C dengan waktu 5 jam karena menghasilkan kadar kalsium yang terbesar.
 340 Tepung CaO ini kemudian dapat diolah lebih lanjut menjadi bubuk hidroksiapatit dengan
 341 dicampur prekursor fosfat. Fosfat jenis H₃PO₄ berfungsi untuk menambahkan kadar fosfat
 342 pada reaksi sintesis hidroksiapatit (Puspita and Cahyaningrum 2017).
 343

344 3.7. Analisa Persentase Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan

345 Hasil perhitungan derajat kristalinitas tepung CaO dapat dilihat pada Tabel 4, dan
 346 Gambar 5. Sedangkan analisa kualitatif terdapat pada Gambar 6.

Commented [g6]: Cek angkanya

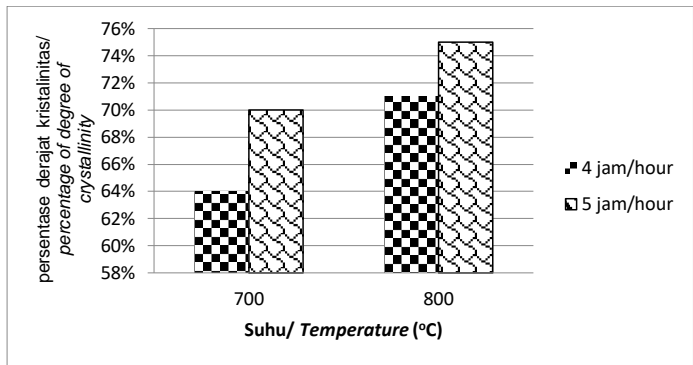
Commented [g7]: Tambahkan anotasi statistiknya pada tabel

347 Tabel 4. Hasil Perhitungan Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan Dengan
 348 Tanpa Pengulangan
 349 Table 4. Results of Calculation of Degree of Crystallinity of Crab Shell CaO Powder Tanpa
 350 Pengulangan

Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time of Calcination	700°C 4 jam/ 700°C 4 hours	700°C 5 jam/ 700°C 5 hours	800°C 4 jam/ 800°C 4 hours	800°C 5 jam/ 800°C 5 hours
Derajat Kristalinitas/ Degree of Crystallinity (%)	64	70	71,67	75,71

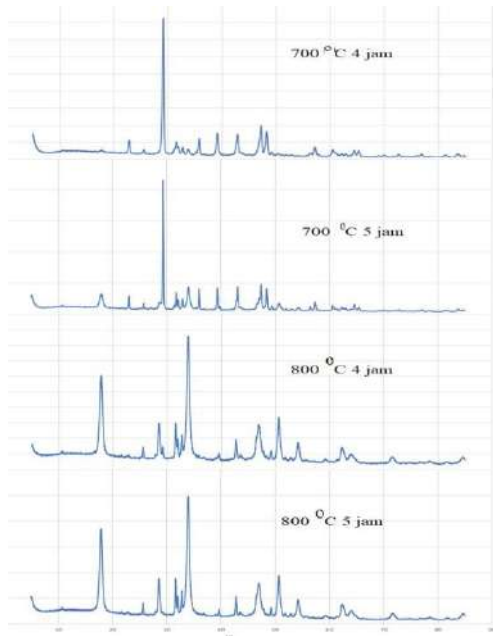
Commented [g8]: Tabel sama dengan grafik, pilih salah satu, tambahkan standar eror jika hasil rata-rata, tambahkan juga anotasi statistiknya pada table atau grafik

351



352

Gambar 5. Persentase Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan
 353 Figure 5. Percentage Of Degree of Crystallinity of CaO Powder.
 354



355

Gambar 6. Hasil Analisa Kualitatif XRD Tepung CaO
 356 Figure 6. Results of Qualitative XRD Analysis of CaO Powder
 357

358
359 Berdasarkan diagram pada Gambar 5, dapat disimpulkan bahwa suhu dan waktu
360 berpengaruh terhadap derajat kristalinitas tepung CaO. Semakin tinggi suhu dan waktu,
361 maka semakin besar derajat kristalinitas pada tepung CaO cangkang rajungan. Derajat
362 kristalinitas terendah terdapat pada perlakuan suhu 700 °C 4 jam dengan nilai 64%.
363 Sedangkan pada perlakuan tertinggi terdapat pada suhu 800 °C selama 5 jam yaitu 75%.
364 Sebagai material pembuatan hidroksiapatit, perlakuan tepung CaO terpilih adalah pada
365 derajat kristalinitas yang terbesar yaitu pada perlakuan 800 °C selama 5 jam.

366 Pada Gambar 6, getaran gelombang kristalinitas masih terdapat pelebaran
367 lengkungan getaran atau belum tajam. Hal tersebut menandakan pemanasan masih belum
368 sepenuhnya sempurna menjadi hidroksiapatit, artinya masih harus dilakukan pemanasan
369 lanjutan. Hal tersebut dikatakan wajar karena masih berupa tepung CaO. Dengan drajat
370 kristalinitas tepung CaO 75%, dapat dilakukan pemanasan lebih lanjut menjadi hidroksiapatit
371 sehingga pemanasan dapat menjadi sempurna. Selain itu, masih terdapat kontaminan pada
372 tepung CaO. Jika puncak yang semakin tajam pada grafik, menandakan seluruh perlakuan
373 hidroksiapatit sudah menghasilkan kristal murni. Jika puncak melebar, maka masih terdapat
374 kontaminan lain atau pemanasan saat kalsinasi atau sintering belum optimal (Negara dan
375 Simpen 2018).

376 4. KESIMPULAN

377 Tepung CaO terbaik terpilih pada perlakuan suhu 800 °C selama 5 jam dengan
378 karakteristik morfologi penampakan yang halus, berkurangnya granula yang tidak seragam,
379 dan pori yang lebih kecil, kadar kalsium $91,96 \pm 5,07\%$, serta persentase derajat kristalinitas
380 sebesar 75%. Selanjutnya perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk menaikkan suhu diatas
381 800 °C, sehingga didapatkan morfologi tepung CaO yang lebih halus dan rasio Ca/P yang
382 lebih rendah mendekati rasio Ca/P hidroksiapatit 1,67.

383 UCAPAN TERIMA KASIH

384 Ucapan terima kasih kepada pihak Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan
385 Bioteknologi Kelautan dan Perikanan atas dukungan finansial dan fasilitas dalam
386 melaksanakan penelitian ini.

387 DAFTAR PUSTAKA

- 388 Bose, Susmita, Solaiman Tarafder, Joe Edgington, and Amit Bandyopadhyay. 2011.
389 "Calcium Phosphate Ceramics in Drug Delivery." *Biomaterials for regenerative*
390 *medicine Calcium* 63(4): 93–98. www.tms.org/jom.html.
- 391 Cahyono, Eko, Juanita Fani Jonas, Bella Anjelika Lalenoh, and Nurfaida Kota. 2019.
392 "Karakterisasi Kalsium Karbonat (CaCO₃) Dari Cangkang Landak Laut (Diadema
393 Setosum)." *Jurnal Fishtech* 8(1): 28–34.
- 394 Dorozhkin, Sergey V. 2010. "Bioceramics of Calcium Orthophosphates." *Biomaterials* 31(7):
395 1465–85. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.11.050>.
- 396 Hafiludin. 2015. "Analisis Kandungan Gizi Pada Ikan Bandeng Yang Berasal Dari Habitat
397 Yang Berbeda." *Jurnal Kelautan* 8(1): 37–43.
- 398 Handayani, Lia, Reza Zuhayani, Nadia Putri, and Riska Nanda. 2020. "Pengaruh Suhu
399 Kalsinasi Terhadap Nilai Rendemen CaO." *Jurnal TILAPIA* 1(1): 1–6.
- 400 Hanura, Aditya Bayu, Wini Trilaksani, and Pipih Suptijah. 2017. "Karakterisasi
401 Nanohidroksiapatit Tulang Tuna Thunnus Sp. Sebagai Sediaan Biomaterial." *Jurnal*
402 *Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis* 9(2): 619–30.
403 <http://journal.ipb.ac.id/index.php/jurnalikt>.
- 404 Harahap, Ari Wibowo, and Zuchra Helwani. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit Melalui
405 Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah Dengan Metode
406 Hidrotermal Pada Variasi PH Dan Waktu Reaksi." *Jom FTEKNIK* 2(2).
- 407 Henggu, Krisman Umbu, Bustami Ibrahim, and Pipih Suptijah. 2019. "Hidroksiapatit Dari
408 Cangkang Sotong Sebagai Sediaan Biomaterial Perancah Tulang." *JPHPI, Masyarakat*
409 *Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 22(1): 1–13.

410 Ichsan, R.H.N.A, Zuchra Helwani, and Zultiniar. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit Melalui
411 Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dari Cangkang Kerang Darah Dengan Metode
412 Hidrotermal Pada Variasi Waktu Reaksi Dan Rasio Ca/P." *JOM FTEKNIK* 2(2): 1–9.

413 Kantharia, Nidhi et al. 2014. "Nano-Hydroxyapatite and Its Contemporary Applications."
414 *Journal of Dental Research and Scientific Development* 1(1): 15.

415 Khoirudin, Mukhlis, Yelmida, and Zultiniar. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit
416 Dari Kulit Kerang Darah (Anadara Granosa) Dengan Proses Hidrotermal." *Jom*
417 *FTEKNIK* 2(2): 1–8.

418 Kolmas, Joanna, Sylwester Krukowski, Aleksandra Laskus, and Maria Jurkitewicz. 2016.
419 "Synthetic Hydroxyapatite in Pharmaceutical Applications." *Ceramics International*
420 42(2): 2472–87. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.10.048>.

421 Kurniawan, Akhmad et al. 2014. "Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap
422 Kekerasan Bentuk Morfologi, Dan Analisis Porositas Nanokomposit CaO/SiO₂ Untuk
423 Aplikasi Bahan Biomaterial." *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)* 4(2): 22.

424 Kurniawan, Asep Mufti, Sri Hartini, and Margareta Novian Cahyanti. 2019. "Pengaruh
425 Konsentrasi Fosfat Terhadap Perbandingan Ca / P Hidroksiapatit Dari Limbah Gypsum
426 Industri Keramik." *Ilmu-ilmu MIPA* 19(1): 46–56.

427 Kusumaningrum, Indrati, Doddy Sutono, and Bagus Fajar. 2016. "Pemanfaatan Tulang Ikan
428 Belida Sebagai Tepung Sumber Kalsium Dengan Metode Alkali." *Jphpi* 19(2): 148–55.

429 Malau, N.D., and S.F. Azzahra. 2020. "Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Karakteristik
430 Kristal CaO Dari Limbah Cangkang Kepiting." *Jurnal Pendidikan, Matematika, dan*
431 *Sains* 5(1): 83–92. <http://ejournal.uki.ac.id/index.php/edumatsains>.

432 Negara, I Made Sutha, and I Nengah Simpen. 2018. "Karakteristik Hidroksiapatit Hasil
433 Ekstraksi Termal Dari Tulang Limbah Dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Ion Selektif Biru
434 Metilen." *Cakra Kimia* 6(2): 123–30.

435 Ngapa, Yulius D. 2018. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) Dari Limbah
436 Dengan Metode Basah Presipitasi." *Jurnal Dinamika Sains* 2(1): 67–72.

437 Purwasasmita, BS, and RS Gultom. 2008. "Sintesis Dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit
438 Skala Sub Mikron Menggunakan Metode Presipitasi." *Jurnal Bionatura* 10(2): 155–67.

439 Puspita, Fenty Wiana, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi
440 Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras (Gallus Gallus) Menggunakan Metode
441 Pengendapan Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(2): 100–106.

442 Raya, Indah et al. 2015. "Synthesis and Characterizations of Calcium Hydroxyapatite
443 Derived from Crabs Shells (Portunus Pelagicus) and Its Potency in Safeguard against
444 to Dental Demineralizations." *International Journal of Biomaterials* 2015.

445 Rizkayanti, Yazida, and Yusril Yusuf. 2019. "In Press , Accepted Manuscript – Note to Users
446 Optimization of the Temperature Synthesis of Hydroxyapatite from Indonesian Crab
447 Shells In Press , Accepted Manuscript – Note to Users." *International Journal of*
448 *Nanoelectronics and Materials In*.

449 Rosalina, Wenny, Andries Pascawinata, and Masra Roesnoer. 2017. "Karakteristik Scaffold
450 Hidroksiapatit Dari Gigi Manusia Menggunakan Uji X-Ray Diffraction (XRD)." *Jurnal B-*
451 *Dent* 4(2): 133–40.

452 Suharto, Slamet, Romadhon, and Sri Redjeki. 2016. "Analisis Susut Bobot Pengukusan Dan
453 Rendaman Pengupasan Rajungan Berukuran Berbeda Dan Rajungan Bertelur."
454 *Fisheries Science and Technology (JFST)* 12(1): 47–51.

455 Sunardi, Utami Irawati, and Totok Wianto. 2011. "Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan
456 Selatan Hasil Kalsinasi." *Jurnal Fisika FLUX* Vol 8: 59–65.

457 Supangat, Dicky, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi
458 Hidroksiapatit Dari Cangkang Kepiting (Scylla Serrata) Dengan Metode Pengendapan
459 Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(3): 143–49.

460 Warastuti, Yessy, and Basril Abbas. 2011. "Sintesis Dan Karakterisasi Pasta Injectable Bone
461 Substitute Iradiasi Berbasis Hidroksiapatit." *A Scientific Journal for The Applications of*
462 *sotopes and Radiation* 7(2): 73–82.

463 Yang, Yushi et al. 2014. "Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite with Different
464 Morphologies : Influence of Supersaturation of the Reaction System Hydrothermal

465 Synthesis of Hydroxyapatite with Different Morphologies: Influence of
466 Supersaturation of the Reaction System." *American Chemical Society, Crystal Growth*
467 & *Design* (January 2019). <https://www.researchgate.net/publication/272135311>.
468

PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK TEPUNG KALSIMUM OKSIDA (CaO) DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus sp.*) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

(*Effect Of Temperature And Time Of Calcination On The Characteristics Of Calcium Oxide (CaO) Powder From Blue Swimming Crab (Portunus Sp) Shells As A Hydroxyapatite Raw Material*)

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengkalsinasi cangkang rajungan (*Portunus sp.*) menjadi tepung kalsium oksida (CaO) sebagai bahan baku sintesis hidroksiapatit. Kalsinasi merupakan salah satu tahapan penting dalam sintesis hidroksiapatit, karena kemurnian tepung CaO sangat bergantung pada suhu dan waktu kalsinasi. Pada penelitian ini, cangkang rajungan dikalsinasi pada suhu 700 dan 800 °C selama 4 dan 5 jam. Tepung CaO kemudian diidentifikasi gugus fungsi, morfologi, komposisi dan kristalinitas dengan menggunakan *fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR), *scanning electron microscope* (SEM) dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) dan *X-Ray diffraction* (XRD). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan morfologi yang lebih seragam pada ukurannya, dan pori-pori yang lebih halus dan lebih kecil dibanding perlakuan lainnya. Selain itu, kadar kalsium yang dihasilkan pada perlakuan ini lebih besar ($91,96 \pm 5,07\%$) dibanding dengan perlakuan lainnya. Hasil analisa XRD pada perlakuan ini menghasilkan derajat kristalinitas sebesar 75%. Dari beberapa hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa proses kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan tepung CaO yang baik untuk dijadikan bahan baku sintesis hidroksiapatit. Perlakuan suhu dan waktu tidak berbeda nyata terhadap hasil perhitungan rendemen, jumlah massa kalsium, serta fosfat. Akan tetapi, perlakuan suhu dan waktu berbeda nyata terhadap jumlah massa karbon, dan oksida.

Kata kunci : Cangkang rajungan, Kalsinasi, Tepung CaO

ABSTRACT

This study aims to calcine the crab shell (Portunus sp.) into calcium oxide (CaO) powder as a raw material for hydroxyapatite synthesis. Calcination is one of the important steps in hydroxyapatite synthesis because the purity of CaO powder is very dependent on the temperature and time of calcination. The crab shell calcination was carried out at 700 and 800 °C for 4 and 5 h. The CaO powder were identified its functional groups, morphology, composition and crystallinity using fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-Ray diffraction (XRD). The results showed calcination at 800 °C for 5 hours gave uniform size, and finer and smaller pores compare to others combination process. In addition, the total mass of calcium content produced in this treatment also higher ($91.96 \pm 5.07\%$) compare to other treatments with 75% degree of crystallinity using XRD analysis. To be conclude, calcination at 800 °C for 5 h was yielded CaO powder that could be used as the raw material for hydroxyapatite synthesis. The temperature and time treatments were not significantly different from the yield, total mass of calcium, and phosphate. However, the temperature and time treatments were significantly different on the mass of carbon and oxides.

Keywords: crab shell, calcination, CaO powder

1. PENDAHULUAN

Cangkang rajungan merupakan hasil samping produksi pengolahan rajungan yang belum optimal dimanfaatkan. Dalam industri pengolahan rajungan di Indonesia, sebagian

45 besar rajungan dimanfaatkan dagingnya sebanyak 30,07% sampai 42,1% sebagai produk
46 kaleng (Suharto, Romadhon, & Redjeki, 2016). Dari nilai tersebut, 50%nya merupakan
47 cangkang rajungan yang merupakan limbah produksi. Padahal, cangkang rajungan memiliki
48 kalsium karbonat (CaCO_3) sekitar 40 sampai 70% (Suharto, Romadhon, and Redjeki 2016),
49 yang berperan sebagai pembentuk kalsium untuk hidroksiapatit (Raya, Mayasari, Yahya,
50 Syahrul, & Latunra, 2015). Hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit yang
51 mengandung hidroksida dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (Ngapa 2018), serta memiliki
52 kadar basa atau netral sebagai komponen utama jaringan tulang yang bersifat rapuh (Yang
53 et al. 2014). Kebutuhan hidroksiapatit dalam negeri masih sangat kurang. Dalam data BPPT
54 (2015), Indonesia masih mengimpor hidroksiapatit dengan harga Rp. 1,5 miliar per 5 mg
55 untuk perancah tulang (Henggu, Ibrahim, & Suptijah, 2019). Oleh karena itu, cangkang
56 rajungan memiliki potensi untuk di ekstraksi kalsiumnya menjadi bahan baku hidroksiapatit
57 dalam negeri.

58 Pada bidang farmasi, hidroksiapatit berfungsi sebagai *Drug Delivery System*, yaitu
59 media penghantar obat lewat strukturnya yang berpori. Jadi obat-obatan dimasukkan dalam
60 pori-pori hidroksiapatit dan mengirimkan ke area yang akan diobati untuk mencegah
61 osteoporosis atau kerapuhan tulang (Bose, Tarafdel, Edgington, & Bandyopadhyay, 2011).
62 Selain itu, hidroksiapatit berfungsi sebagai anti kanker pada penyakit kanker tulang, dimana
63 hidroksiapatit akan memperbaiki tulang yang terkikis, serta mengisi jaringan tulang yang
64 hilang (Kolmas, Krukowski, Laskus, & Jurkitewicz, 2016). Hidroksiapatit juga diaplikasikan
65 sebagai keramik biokompatibel yang berkontak dengan jaringan tulang (*bone tissue*), dan
66 sebagai pelapis (*coating*) pada implan tulang manusia (Harahap & Helwani 2015).
67 Hidroksiapatit selanjutnya dimanfaatkan sebagai pasta IBS yang disintesis dengan
68 menggunakan radiasi dan dapat digunakan sebagai graft biomaterial (Warastuti & Abbas
69 2011).

70 Sebelum menjadi hidroksiapatit, cangkang rajungan perlu dijadikan tepung kalsium
71 oksida (CaO) untuk menghilangkan unsur karbonat pada CaCO_3 . Keberadaan karbonat
72 dalam cangkang rajungan harus didekomposisi karena akan menghambat pembentukan
73 hidroksiapatit. Proses dekomposisi tersebut membantu menghasilkan kalsium atau tepung
74 CaO yang tinggi (Khoirudin, Yelmida, & Zultiniar, 2017). Tepung CaO merupakan salah satu
75 prekursor kalsium pada hidroksiapatit yang direaksikan dengan fosfat sehingga membentuk
76 rasio kalsium dan fosfat (Ca/P). Salah satu tanda hidroksiapatit terbaik adalah adanya rasio
77 Ca/P dengan nilai 1,67 (Kantharia et al. 2014). Oleh karena itu perlu dilakukan metode
78 perlakuan untuk mengubah cangkang rajungan menjadi tepung CaO .

79 Metode kalsinasi bertujuan melepaskan unsur-unsur karbonat pada cangkang
80 rajungan. Metode ini merupakan reaksi endotermik, dimana membutuhkan panas dari luar
81 untuk melepas kandungan air, senyawa organik, serta CO_2 pada sampel (Supangat and
82 Cahyaningrum 2017). Prinsip metode ini yaitu melakukan sistem pembakaran tanpa
83 menggunakan udara untuk melepaskan zat yang mudah terbakar seperti CO , CH_4 , H_2 , serta
84 yang tidak mudah terbakar seperti CO_2 dan H_2O . Proses kalsinasi dapat dilakukan pada
85 suhu 500 – 700 °C untuk temperatur rendah, suhu 700 – 900 °C untuk temperatur sedang,
86 dan >900 °C untuk temperatur tinggi (Handayani, Zuhayani, Putri, & Nanda, 2020). Oleh
87 karena itu, temperatur kalsinasi sangat menentukan CaO yang dihasilkan, selain itu faktor
88 bahan baku dan waktu pemanasan yang dipakai juga akan menentukan kualitas tepung
89 CaO tersebut.

90 Dalam penelitian sebelumnya, kalsinasi cangkang landak laut pada suhu 600 °C
91 selama 2 jam, menghasilkan tepung CaO dengan kadar kalsium $25,53 \pm 2,5\%$ (Cahyono,
92 Jonas, Lalenoh, & Kota, 2019). Selanjutnya, pada cangkang kepiting yang dikalsinasi
93 menjadi tepung CaO dengan suhu 1000 °C selama 6 dan 10 jam, menghasilkan warna yang
94 putih dengan struktur kristal, tetapi tidak berbentuk amorf (Malau and Azzahra 2020). Pada
95 penelitian cangkang rajungan Rizkayanti dan Yusuf (2019), telah dilakukan penelitian
96 tentang kalsinasi CaO dengan suhu 1000 °C selama 3 jam, tetapi belum diketahui
97 bagaimana karakteristik kadar kalsium, gugus fungsi yang terbentuk, serta derajat
98 kristalinitasnya. Selain itu, belum ada penelitian yang menjelaskan hasil tepung CaO dari
99 cangkang rajungan dengan pemakaian suhu sedang.

100 Oleh karena itu, penelitian ini mencoba mengetahui karakteristik tepung CaO dari
101 cangkang rajungan, dengan perlakuan suhu di level sedang dengan waktu berbeda.
102 Tujuannya adalah untuk mendapatkan tepung CaO terbaik dari 4 perlakuan kalsinasi
103 terhadap rendemen, gugus fungsi, morfologi, kadar kalsium, fosfat, dan oksida, serta
104 persentase kristalinitas sebagai bahan dasar hidroksiapatit.

105 **2. BAHAN DAN METODE**

106 **2.1. Bahan**

107 Bahan utama yang dipakai pada penelitian ini adalah cangkang rajungan yang berasal
108 dari unit pengolahan rajungan di TPI Pasir Putih, Karawang Jawa Barat. Cangkang rajungan
109 semi basah dikemas dalam karung untuk kemudian diangkut menuju Balai Besar Riset
110 Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan (BBRP2B-KP) di Jakarta.

111 **2.2. Metode**

112 Tahapan kalsinasi cangkang rajungan mengacu pada metode Rizkayanti dan Yusuf
113 (2019). Cangkang rajungan semi basah dicuci menggunakan air bersih segera setelah
114 sampai di Laboratorium. Cangkang dibersihkan dari kotoran dan sisa daging yang
115 menempel dengan cara menyikat cangkang. Cangkang yang telah disikat kemudian dicuci
116 kembali dengan air bersih. Cangkang yang telah bersih dijemur dengan menggunakan para
117 hingga kering selama 2 hari. Cangkang kering selanjutnya dihancurkan dengan mesin
118 blender HR2106 (*philips*, Belanda) dengan kecepatan 30 rpm. Tujuan pemakaian blender
119 adalah proses nya yang cepat dan kapasitas mesin yang mampu menghancurkan cangkang
120 rajungan sampai sedikit halus. Setelah dihancurkan, cangkang kemudian disaring dengan
121 kertas saring 100 mesh.

122 Tepung cangkang rajungan selanjutnya dikalsinasi dengan mesin furnace 6000
123 (*barnstead*, USA). Tujuan pemakaian mesin furnace ini karena mampu mengkalsinasi
124 sampel sampai 1000 °C, selain itu, mesin ini aman dan mudah untuk digunakan. pada suhu
125 level sedang, yaitu dengan suhu 700, dan 800 °C serta dengan variabel waktu selama 4 dan
126 5 jam. Penggunaan kalsinasi tepung CaO dari cangkang rajungan dengan suhu sedang
127 dikarenakan belum pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya.

128 Setelah kalsinasi, suhu pada mesin furnace diturunkan sampai 300 °C, selanjutnya
129 mesin furnace dimatikan, dan tepung CaO dibiarkan dalam furnace selama 5 jam. Tepung
130 CaO yang dihasilkan kemudian dilakukan pengangkatan dengan spatula ke dalam
131 desikator. Tepung CaO didiamkan selama 3 jam. Tepung CaO yang dihasilkan selanjutnya
132 dilakukan perhitungan rendemen, analisa gugus fungsi, derajat kristalinitas, morfologi, dan
133 kadar kalsium, fosfat, oksida, serta karbon.

134 **2.3. Analisa proksimat cangkang rajungan**

135 Cangkang rajungan yang sudah disaring, kemudian diambil sampel untuk dianalisa
136 proksimat. Analisa proksimat meliputi kadar air (SNI 01-2354.2:2006), kadar lemak (SNI 01-
137 2354.3-2006), kadar protein (SNI 01-2354.4-2006), dan kadar abu (SNI 2354.1:2010).

138 **2.4. Perhitungan Rendemen**

139 Perhitungan rendemen dilakukan dengan membandingkan berat tepung CaO,
140 dibandingkan dengan tepung cangkang rajungan kering sebelum proses kalsinasi.
141 Selanjutnya hasil pembagian dikalikan 100% untuk mendapatkan presentase rendemen
142 tepung CaO.

143 **2.5. Analisa gugus fungsi**

144 Analisa gugus fungsi menggunakan instrument mesin *Spectrum One FTIR (fourier*
145 *transform infrared spectroscopy)*, seri C69526 (*Perkin Elmer Precisely*, Jerman) yang
146 mampu membaca bilangan gelombang 4.000-400 cm^{-1} dengan resolusi 4 cm^{-1} . Sebelum
147 dilakukan analisa gugus fungsi sampel dipelletkan dengan KBr. Sebanyak 2 mg sampel
148 dicampur dengan pellet KBr dengan perbandingan 1/100, selanjutnya dimasukkan ke dalam

149 logam untuk dilakukan pengepresan dan pemvakuman dengan tekanan 7 ton selama 15
150 menit. sampel yang sudah di vakum selanjutnya dimasukkan ke instrumen FTIR. Langkah
151 selanjutnya adalah pembacaan gelombang gugus fungsi dengan aplikasi *spectrum 9*.

152 **2.6. Analisa morfologi**

153 Analisa morfologi menggunakan instrument SEM (*Scanning Electron Microscopy*).
154 Tepung CaO diambil secara *swab*, diletakkan pada plat logam tembaga yang berbentuk
155 bulat (*sample holder*). Selanjutnya, dilakukan proses pelapisan (*coating*) selama 1 menit
156 dengan lapisan emas, agar sampel memiliki sifat konduktif. Mikrostruktur tepung CaO
157 diamati menggunakan aplikasi software *JEOL 6000*, serta diambil gambarnya dengan
158 perbesaran hingga 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan pada akselerasi tegangan 20 kV.

159 **2.7. Analisa Persentase Kalsium, Fosfat, Karbon, dan Oksida**

160 Analisa persentase kadar kalsium, fosfat, dan oksida menggunakan SEM (*Scanning*
161 *Electron Microscopy*), yang sudah dilengkapi EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk
162 menentukan persentase kadar kalsium, fosfat, dan oksida. Tepung CaO diambil secara
163 *swab*, diletakkan pada plat sampel (*sample holder*). tepung CaO diamati menggunakan
164 aplikasi software *JEOL 6000*, dengan perbesaran 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan
165 pada akselerasi tegangan 20 kV. Selanjutnya objek diambil secara area, selanjutnya
166 dilakukan analisa terhadap persentase kalsium, fosfor, dan oksida. Jumlah massa yang
167 dihasilkan oleh software dijadikan dasar dalam perhitungan persentase kadar kalsium,
168 fosfat, karbon, dan oksida.

169 **2.8. Analisa derajat kristalinitas**

170 Analisa persentase kristalinitas tepung CaO dilakukan di Laboratorium Pusat
171 Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Serpong, Tangerang
172 Selatan. Analisa persentase derajat kristalinitas dilakukan dengan metode kuantitatif
173 menggunakan instrument *X-ray Diffraction* tipe *Rigaku Smartlab*, selanjutnya hasil analisa
174 dilakukan perhitungan dengan rumus di bawah ini berdasarkan Purwasasmita dan Gultom
175 (2008).

$$176 \text{ \% Kristalinitas} = 1 - ((V_{110}-I_{300})/I_{300}) \times 100\%$$

177 Keterangan;

178 $V_{110}-I_{300}$ = puncak terendah antara puncak hasil difraksi 112 sampai 300

179 I_{300} = intensitas puncak yang dihasilkan V_{300}

180 **2.9. Analisa Statistik**

181 Data diolah menggunakan dengan aplikasi SPSS seri 23 dalam mengolah nilai rata-
182 rata, dan standar error pada analisa proksimat, perhitungan rendemen, serta analisa jumlah
183 kadar kalsium, fosfat, karbon, dan oksida. Selanjutnya, pemakaian *analysis of varian*
184 (*ANOVA*) *one ways* untuk perbedaan nyata atau tidaknya perhitungan rendemen, serta *two*
185 *ways* untuk menganalisa perbedaan nyata atau tidaknya pada analisa jumlah kadar kalsium,
186 fosfat, karbon, dan oksida.

187 **3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

188 **3.1. Analisa Proksimat Cangkang Rajungan**

189 Hasil pengujian proksimat cangkang rajungan dapat dilihat pada Tabel 1. Hasil yang
190 ditampilkan merupakan hasil analisa dari 3 kali ulangan dan standard error.

191 Tabel 1. Hasil Standar Error Analisa Proksimat Cangkang Rajungan

192 *Table 1. Results of Standard Error of Analysis of Proximate Of Crab Shell*

PROKSIMAT/ Proximate	Air/Moisture	Abu/Ash	Lemak/ Fat	Protein/ Protein
Nilai Rata-Rata dan Standar Error/ Average Value and Standard Error (%)	7.36±0.001	63.12±0.004	0.28±0.004	13.18±0.006

193

Ket: n = 3

194

195

196

197

198

199

200

201

202

203

204

205

206

207

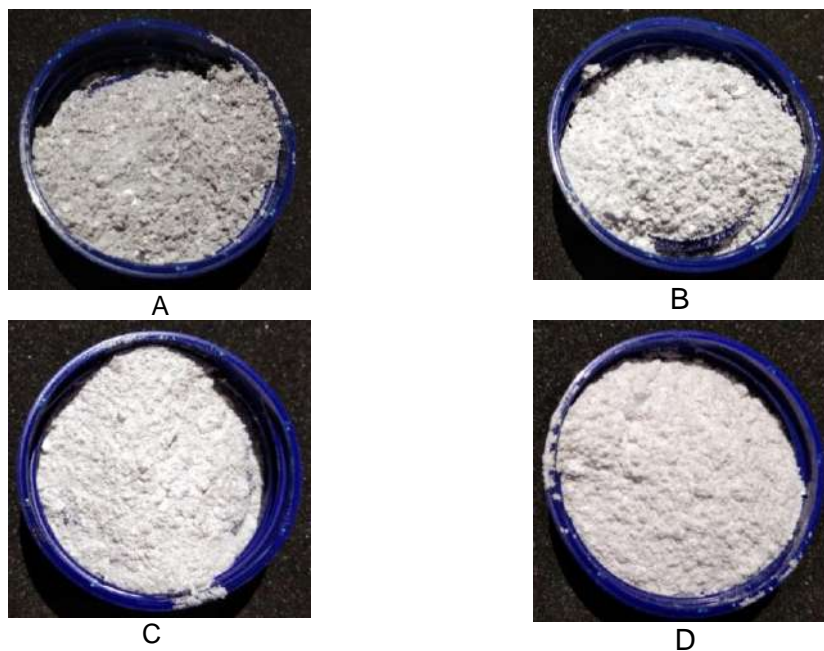
Cangkang rajungan memiliki sedikit lemak dan air dengan rata-rata masing-masing $0,28 \pm 0,004\%$ dan $7,36 \pm 0,001\%$. Tetapi, cangkang rajungan memiliki kadar abu yang tinggi sekitar $63,12 \pm 0,004\%$. Sedangkan protein, hanya sekitar $13,18 \pm 0,006\%$. Tingginya kadar abu menggambarkan unsur mineral dan kekerasan cangkang rajungan. Kadar abu pada cangkang rajungan lebih besar dibandingkan dengan kadar proksimat lainnya. Hal tersebut juga dibuktikan pada penelitian Lubena et al. (2020), yang menyatakan cangkang rajungan mengandung kadar abu lebih besar $44,03\%$, daripada kadar protein $29,91\%$, dan kadar air $0,45\%$. Semakin besar kadar abu dibandingkan kadar protein, maka cangkang rajungan semakin keras dan memiliki kandungan mineral yang tinggi (Kusumaningrum, Sutono, & Fajar, 2016). Dalam kandungan mineral terdapat mineral makro yaitu Ca, Mg, Na, dan K (Hafiludin 2015). Hal ini berarti cangkang rajungan dapat dijadikan sebagai tepung kalsium oksida (CaO) karena memiliki nilai kadar abu yang tinggi dibandingkan kadar protein, air, dan lemak. Artinya, kalsium pada cangkang rajungan memungkinkan dijadikan bubuk hidroksiapatit dengan menambahkan prekursor fosfat.

208

3.2. Penampakan Tepung CaO Cangkang Rajungan

209

Hasil penampakan tepung CaO dapat dilihat pada Gambar 1.



210

211

212

213

214

215

Gambar 1. Tepung CaO hasil kalsinasi tepung cangkang rajungan pada berbagai perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; A. Perlakuan kalsinasi $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam, B. $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam, C. $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam, D. $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam.

Figure 1. CaO powder from calcination of crab shell powder with temperature and time treatments; A. calcination treatments of $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 4 hours, B. $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 5 hours, C. $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 4 hours, D. $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 5 hours.

216

217

218

219

220

Hasil penampakan tepung CaO dengan suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam memiliki warna putih kehitaman, artinya belum sepenuhnya menghasilkan warna yang seragam. Selain itu, tekstur tepung CaO masih kasar dan belum sepenuhnya menjadi abu. Untuk suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam, penampakan tepung CaO hampir seluruhnya putih, tetapi masih ada cangkang yang berwarna kehitaman.

221

222

223

224

Tepung CaO pada perlakuan suhu $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam telah menjadi putih sedikit kemerahan. Sedangkan, pada saat dikalsinasi 5 jam, tekstur tepung CaO sangat halus dan mulai menunjukkan warna putih seragam. Menurut Kusrini dan Sontang (2012), warna tepung CaO setelah kalsinasi berwarna hitam, menandakan bahwa dekomposisi

225 matriks organik seperti protein dan kolagen tidak sempurna. Sedangkan warna putih
 226 menandakan sebaliknya dalam hal dekomposisi matriks organik yang sempurna (Rosalina,
 227 Pascawinata, & Roesnoer, 2017). Berdasarkan morfologi hasil kalsinasi tepung CaO, maka
 228 dipilih perlakuan 800 °C selama 5 jam yang menghasilkan warna putih dan tekstur halus.

229 3.3. Rendemen Tepung CaO

230 Berdasarkan jumlah perhitungan rendemen sebanyak 2 kali pengulangan proses,
 231 perlakuan suhu 700 °C selama 4 jam menghasilkan rendemen terbesar yaitu $62,10 \pm 1,43\%$,
 232 sedangkan pada perlakuan 800 °C selama 5 jam yaitu sebesar $41,68 \pm 0,02\%$. Rendemen
 233 800 °C menjadi rendemen terkecil, hal ini disebabkan banyaknya berat karbon yang hilang
 234 pada cangkang, karena perlakuan suhu dan waktu kalsinasi. Semakin rendah persentase
 235 rendemen, maka semakin baik dekomposisi CO₂ sehingga CaO yang dihasilkan sempurna
 236 (Handayani et al., 2020). Berdasarkan ANOVA one ways, perlakuan suhu 700 °C tidak
 237 berbeda nyata terhadap perhitungan rendemen, hal ini dibuktikan dengan nilai signifikan
 238 lebih dari 0,05 yaitu 0,434 ($p < 0,05$), sedangkan pada perlakuan suhu 800 °C menunjukkan
 239 hasil berbeda nyata dibawah 0,05 yaitu 0,006. Oleh karena itu, untuk perhitungan rendemen
 240 terbaik didapatkan pada perlakuan suhu 800 °C. Hasil perhitungan rendemen tepung CaO
 241 sesudah kalsinasi, dapat dilihat pada Tabel 2.

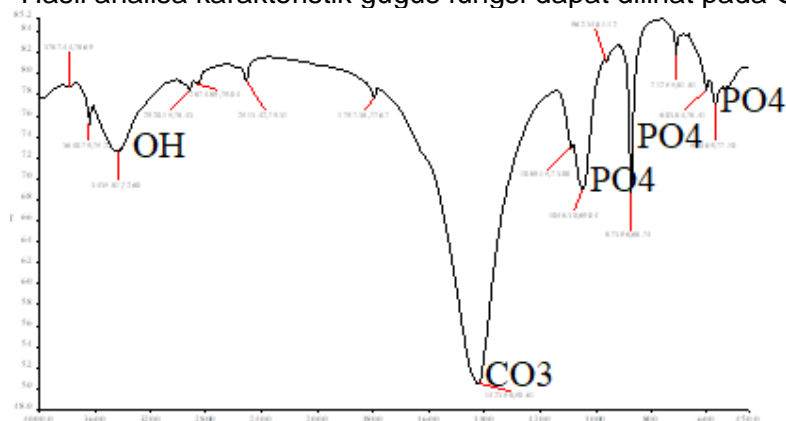
242 Tabel 2. Hasil Perhitungan Standar Error Rendemen Tepung CaO Cangkang Rajungan
 243 Table 2. Results of Calculation of Standard Error of Yield of Crab Shell CaO Powder

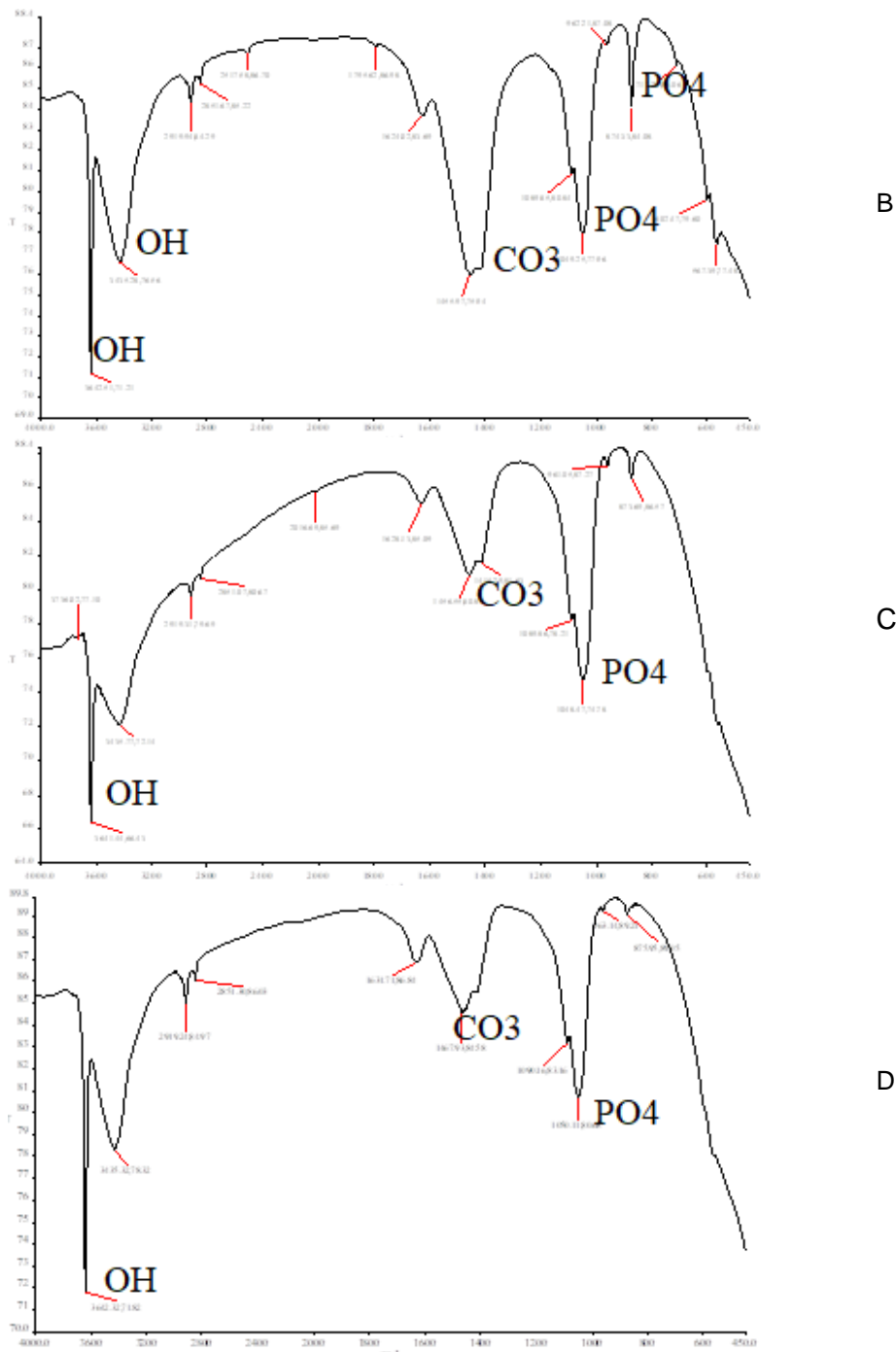
Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time Of Calcination	700°C 4 jam/ 700°C 4 hours	700°C 5 jam/ 700°C 5 hours	800°C 4 jam/ 800°C 4 hours	800°C 5 jam/ 800°C 5 hours
Rata-rata dan Standar Error Rendemen/ Average and Standard Error of Yield (%)	62.10±1.43	60.07±0.09	43.38±0.19	41.68±0.02

244 Ket : n = 6 (n per proses = 3)

245 3.4. Analisa Karakteristik Gugus Fungsi Tepung CaO Cangkang Rajungan

246 Hasil analisa karakteristik gugus fungsi dapat dilihat pada Gambar 2.





247 Gambar 2. Hasil Analisa Gugus Fungsi Tepung Cao Cangkang Rajungan pada berbagai
 248 perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; A. Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam,
 249 B. 700 °C selama 5 jam, C. 800 °C selama 4 jam, D. 800 °C selama 5 jam.

250 *Figure 2. Results of Analysis of Molecule Groups of Cao Powder From Crab Shells with*
 251 *temperature and time treatments; A. calcination treatments of 700 °C for 4 hours,*
 252 *B. 700 °C for 5 hours, C. 800 °C for 4 hours, D. 800 °C for 5 hours.*

253 Hasil analisa gugus fungsi pada Gambar 2 menjelaskan bahwa, gugus fosfat (PO_4^{3-})
 254 muncul pada perlakuan suhu 700 °C selama 4 jam terdeteksi sebanyak tujuh lengkungan
 255 tajam pada gelombang 1089,15; dan 1048,30 cm^{-1} . Selanjutnya pada perlakuan 700 °C
 256 selama 5 jam masih terdapat tujuh lengkungan tajam, tetapi terjadi peningkatan pada
 257 gelombang PO_4^{3-} 1089,85; dan 1049,25 cm^{-1} . Sedangkan pada perlakuan 800 °C,
 258 berkurangnya lengkungan tajam menjadi empat yaitu pada saat 4 jam dengan gelombang
 259 1089,86; dan 1048,47 cm^{-1} , serta saat 5 jam dengan gelombang 1090,16; dan 1050,11 cm^{-1} .

260 Berkurangnya lengkungan tajam, menandakan bahwa kandungan fosfat pada tepung CaO
261 berkurang. Pada empat perlakuan menandakan sudah ada unsur fosfat pada tepung CaO,
262 karena pada hidroksiapatit dibentuk oleh fosfat dengan ditandai pada gelombang 1000-1100
263 cm^{-1} (Riyanto & Maddu, 2014). Keberadaan gugus fosfat menandakan bahwa tepung CaO
264 dapat dijadikan bahan baku hidroksiapatit (Supangat & Cahyaningrum, 2017). Oleh karena
265 itu, keberadaan gugus PO_4^{3-} pada perlakuan suhu 800 °C selama 5 jam mengindikasikan
266 sebagai perlakuan terbaik sementara, dalam kalsinasi tepung CaO cangkang rajungan.

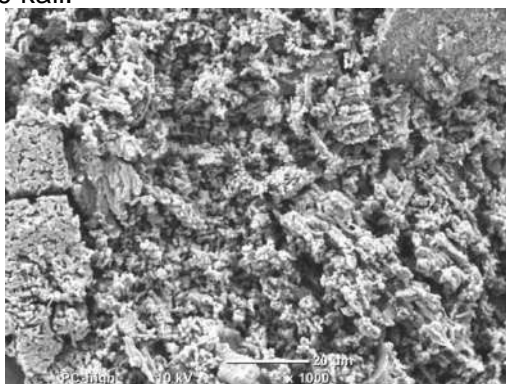
267 Masih terdapat gugus fungsi karbonat (CO_3^{2-}) pada seluruh perlakuan. Indikasi adanya
268 gugus fungsi karbonat terdapat pada gelombang 1400-1500 cm^{-1} (Hanura, Trilaksani, &
269 Suptijah, 2017). Hal ini ditandai dengan munculnya gelombang CO_3^{2-} pada perlakuan 700 °C
270 selama 4 jam sebesar 1423,58 cm^{-1} , dan pada saat 5 jam sebesar 1455,97 cm^{-1} . Sedangkan
271 pada perlakuan suhu 800 °C selama 4 jam, gelombang CO_3^{2-} sebesar 1456,55 cm^{-1} , dan
272 saat 5 jam sebesar 1467,93 cm^{-1} . Munculnya gugus fungsi CO_3^{2-} disebabkan munculnya
273 karbon dioksida dari udara bebas saat pengangkatan tepung CaO dari furnace ke desikator.
274 Selain itu, pengerjaan di ruang terbuka menyebabkan karbon dioksida masuk ke dalam
275 tepung CaO. Pengkalsinasian di ruangan bebas mengakibatkan munculnya karbon dioksida
276 pada sampel hasil kalsinasi (Kurniawan, Hartini, & Cahyanti, 2019).

277 Gugus hidroksil (OH^-) juga terjadi perlakuan kalsinasi pada suhu 700 °C selama 4 jam
278 sekitar 3746,02; 3641,44; dan 3435,77 cm^{-1} . Sedangkan pada waktu 5 jam, gelombang OH^-
279 3642,32 dan 2919,24 cm^{-1} . Untuk perlakuan kalsinasi cangkang rajungan pada suhu 800 °C
280 selama 4 jam, gelombang OH^- sekitar 3642,51 dan 3435,28 cm^{-1} . Sedangkan pada waktu 5
281 jam, gelombang OH^- 3787,44, dan 3640,79 cm^{-1} . Pada suhu 800 °C selama 5 jam, terlihat
282 bahwa lengkungan tajam pada gelombang 3640,79 cm^{-1} masih ada. Hal ini menandakan
283 bahwa pemanasan dalam pelepasan H_2O kurang sempurna. Hilangnya lengkungan tajam
284 pada gelombang 4000-3000 cm^{-1} , menandakan bahwa dekomposisi H_2O berjalan dengan
285 baik (Sunardi, Utami Irawati, & Wianto 2011). Masih adanya gugus OH^- disebabkan
286 penyimpanan tepung CaO yang terlalu lama di dalam furnace selama 5 jam setelah furnace.

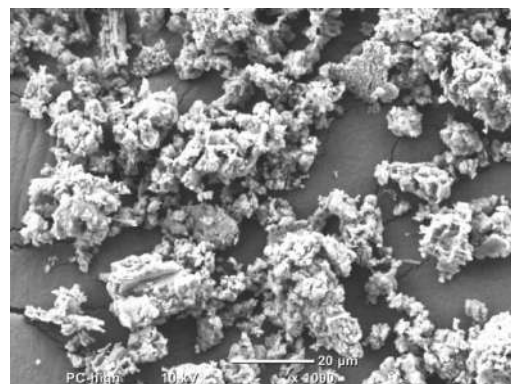
287 Berdasarkan hasil analisa gugus fungsi, maka variabel perlakuan kalsinasi 800 °C
288 menjadi yang terbaik. Hal ini ditandai dengan rendahnya gugus OH^- . akan tetapi, hal
289 tersebut perlu dilakukan analisa morfologi dan kadar kalsium fosfat untuk memastikan
290 perlakuan terbaik dari kalsinasi tepung CaO.

291 3.5. Analisa Morfologi Tepung CaO

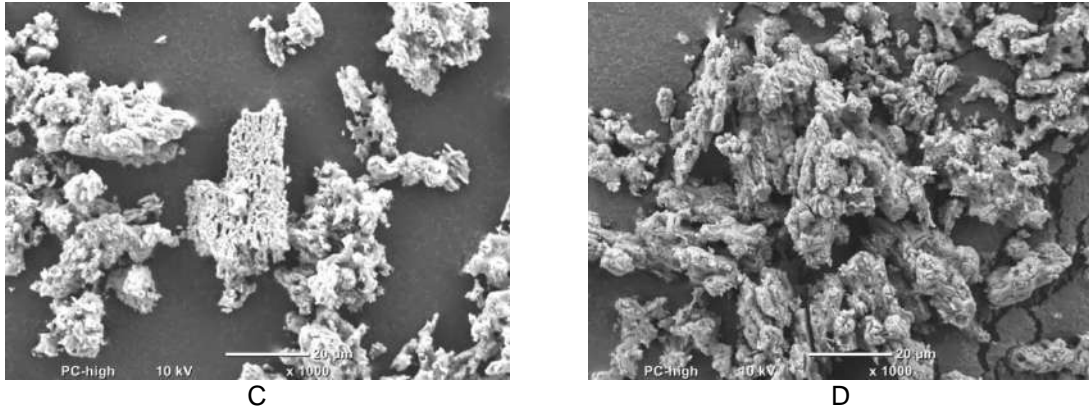
292 Hasil analisa morfologi tepung CaO dapat dilihat pada Gambar 3 dengan pembesaran
293 1000 kali.



A



B



294 Gambar 3. Hasil Analisa Morfologi Tepung CaO pada perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; A.
 295 Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam, B. 700 °C selama 5 jam, C. 800 °C
 296 selama 4 jam, D. 800 °C selama 5 jam.

297 *Figure 3. Morphological Analysis Results of CaO Powder with temperature and*
 298 *treatments; A. calcination treatments of 700 °C for 4 hours, B. 700 °C for 5 hours,*
 299 *C. 800 °C for 4 hours, D. 800 °C for 5 hours.*

300 Hasil analisa morfologi dengan pembesaran 1000 kali menunjukkan bahwa cangkang
 301 rajungan yang telah dikalsinasi membentuk aglomerasi atau gumpalan. Hal ini sesuai
 302 dengan (Ichsan, Helwani, & Zultiniar, 2015) bahwa setelah proses kalsinasi, morfologi
 303 tepung CaO berbentuk gumpalan. Terdapat hampir kesamaan antara gambar a sampai c,
 304 dimana tepung kalsium berbentuk gumpalan datar berpori, serta masih terdapat granula
 305 yang tidak seragam. Permasalahan pada tepung CaO A sampai C adalah, bentuk morfologi
 306 partikelnya yang masih kasar. Hal ini terlihat berbeda dari tepung CaO D, dimana bentuk
 307 partikelnya mulai halus dan tidak kasar pada permukaannya. Morfologi CaO yang tajam
 308 dapat menyebabkan peradangan sampai melukai jaringan pada tubuh, sehingga
 309 memungkinkan membahayakan (Dorozhkin 2010). Untuk gambar d, terlihat bentuk sudah
 310 mulai halus dan pori sedikit kecil. Semakin besar suhu pemanasan, maka akan
 311 mengakibatkan pengecilan hingga penutupan pori-pori, serta akan menghilangnya batas-
 312 batas dari granula tersebut (Kurniawan, Nizar, Rijal, Bagas, & Setyarsih, 2014).

313 **3.6. Analisa Persentase Jumlah Massa Kalsium (Ca), Fosfat (P), dan Oksida (O), dan** 314 **Karbon (C) Tepung CaO Cangkang Rajungan**

315 Hasil analisa persentase jumlah massa kalsium, fosfat, oksida, dan karbon tepung
 316 CaO (Tabel 3) menunjukkan bahwa, persentase kadar kalsium mengalami kenaikan dari
 317 34,65% menjadi 78,61±4,58% setelah dikalsinasi dengan suhu 700 °C. Persentase kalsium
 318 mengalami kenaikan mulai dari suhu 700 °C sebesar 78,61±4,58% sampai dengan
 319 perlakuan 800 °C selama 5 jam hingga mencapai 91,96±5,07%. Hasil analisa statistik
 320 menunjukkan, suhu dan waktu kalsinasi tidak berbeda nyata pada jumlah massa kalsium
 321 tepung CaO ($p > 0,05$).

322 Untuk persentase kadar fosfat, mengalami kenaikan dari 1,65% pada bahan baku
 323 sampai pada perlakuan 700 °C selama 5 jam menjadi 5,12±3,54%. Akan tetapi, pada
 324 perlakuan suhu 800 °C terjadi penurunan persentase kadar fosfat sebanyak 5,09±2,72%,
 325 sehingga jika dipanaskan pada suhu tersebut, kandungan fosfat akan mengalami
 326 dekomposisi. Hasil Analisa statistik menunjukkan bahwa suhu dan waktu kalsinasi tidak
 327 berbeda nyata pada jumlah masa fosfat tepung CaO ($p > 0,05$).

328 Kadar oksida, mengalami penurunan yang signifikan. Semakin tinggi perlakuan suhu
 329 dan waktu, maka semakin rendah kadar oksida, dari 11,07% pada bahan baku cangkang
 330 rajungan, menjadi 2,63±1,27% pada perlakuan 800 °C selama 5 jam. Hal ini disebabkan
 331 penguapan saat kalsinasi yang menyebabkan lepasnya kandungan oksida pada cangkang
 332 rajungan. Hasil staitik juga menunjukkan bahwa suhu dan waktu kalsinasi berbeda nyata
 333 terhadap kenaikan oksida tepung CaO ($p < 0,05$).

334 Persentase jumlah massa karbon menandakan pembakaran saat kalsinasi sempurna
 335 dalam hal mendekomposisi kandungan karbon pada cangkang rajungan. Persentase karbon
 336 terbesar terdapat pada suhu 700 °C selama 4 jam sebanyak 8,76±2,76%. Sedangkan yang
 337 paling kecil kadar karbonnya terdapat pada suhu 800 °C selama 5 jam sebesar 3,14±1,49%.
 338 Berdasarkan hasil uji statistik, suhu dan waktu kalsinasi berbeda nyata pada jumlah massa
 339 karbon tepung CaO ($p < 0,05$).

340 Tabel 3. Hasil Standar Error Analisa Jumlah Massa Persentase Ca, P, dan O, Dan C
 341 Tepung CaO dengan Instrumen SEM Dengan 3 Kali Pengulangan
 342 *Table 3. Results of Standard Error of Percentage Analysis of Ca, P, and O, and C CaO*
 343 *Powder with SEM Instruments With 3 Repetitions*

NO	Suhu/ Temperatur (°C)	Jam /hour	Ca (%)	P (%)	O (%)	C (%)
1	Cangkang rajungan/ Crab shell		34.65	1.65	11.07	49.49
2	700	4	78.61±4.58	3.84±1.52	8.79±4.93	8.76±2.76
3	700	5	80.36±2.27	5.12±3.54	6.60±0.90	4.33±0.32
4	800	4	89.88±0.39	2.40±0.39	4.21±0.99	3.51±0.31
5	800	5	91.96±5.07	5.09±2.72	2.63±1.27	3.14±1.49
Hasil/ Result ANOVA Two Ways			0.06 ($p > 0.05$)	0.17 ($p > 0.05$)	0.008 ($p < 0.05$)	0.02 ($p < 0.05$)

344 Berdasarkan hasil analisa EDS, dapat disimpulkan perlakuan terbaik adalah pada
 345 suhu 800 °C dengan waktu 5 jam karena menghasilkan kadar kalsium yang terbesar.
 346 Tepung CaO ini kemudian dapat diolah lebih lanjut menjadi bubuk hidroksiapatit dengan
 347 dicampur prekursor fosfat. Fosfat jenis H₃PO₄ berfungsi untuk menambahkan kadar fosfat
 348 pada reaksi sintesis hidroksiapatit (Puspita and Cahyaningrum 2017).

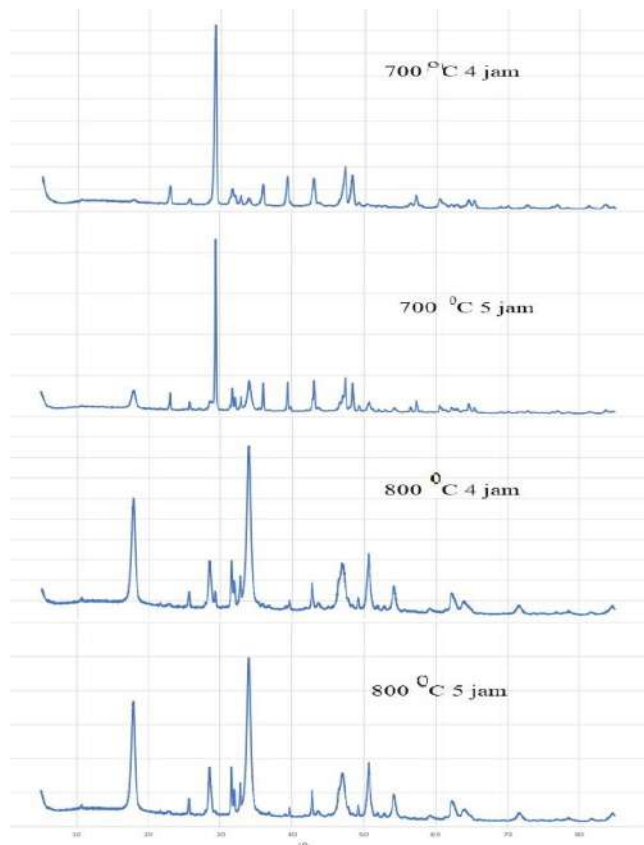
349 3.7. Analisa Persentase Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan

350 Hasil perhitungan derajat kristalinitas tepung CaO dapat dilihat pada Tabel 4.
 351 Sedangkan analisa kualitatif terdapat pada Gambar 4.

352 Tabel 4. Hasil Perhitungan Rata-rata Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan
 353 *Table 4. Results of Calculation of Degree of Crystallinity of Crab Shell CaO Powder*

Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time of Calcination	700°C 4 jam/ 700°C 4 hours	700°C 5 jam/ 700°C 5 hours	800°C 4 jam/ 800°C 4 hours	800°C 5 jam/ 800°C 5 hours
Rata-rata Derajat Kristalinitas/ Average of Degree of Crystallinity (%)	64	70	71,67	75,71

354



355
 356 Gambar 4. Hasil Analisa Kualitatif XRD Tepung CaO
 357 *Figure 4. Results of Qualitative XRD Analysis of CaO Powder*

358 Berdasarkan Tabel 4, derajat kristalinitas terendah terdapat pada perlakuan suhu 700
 359 °C 4 jam dengan nilai 64%. Sedangkan pada perlakuan tertinggi terdapat pada suhu 800 °C
 360 selama 5 jam yaitu 75%. Sebagai material pembuatan hidroksiapatit, perlakuan tepung CaO
 361 terpilih adalah pada derajat kristalinitas yang terbesar yaitu pada perlakuan 800 °C selama 5
 362 jam. Hasil derajat kristalinitas sebesar 75%, dapat dikatakan bahwa tepung CaO mampu
 363 menjadi prekursor kalsium untuk hidroksiapatit. Hal ini dikarenakan hidroksiapatit memiliki
 364 persentase derajat dengan nilai terbaik diatas 70% (Rana, Akhtar, Rahman, Jamil, &
 365 Asaduzzaman, 2017).

366 Pada Gambar 4, getaran gelombang kristalinitas masih terdapat pelebaran
 367 lengkungan getaran atau belum tajam. Hal tersebut menandakan pemanasan masih belum
 368 sepenuhnya sempurna menjadi hidroksiapatit, artinya masih harus dilakukan pemanasan
 369 lanjutan. Hal tersebut dikatakan wajar karena masih berupa tepung CaO. Dengan drajat
 370 kristalinitas tepung CaO 75%, dapat dilakukan pemanasan lebih lanjut menjadi hidroksiapatit
 371 sehingga pemanasan dapat menjadi sempurna. Selain itu, masih terdapat kontaminan pada
 372 tepung CaO. Jika puncak yang semakin tajam pada grafik, menandakan seluruh perlakuan
 373 hidroksiapatit sudah menghasilkan kristal murni. Jika puncak melebar, maka masih terdapat
 374 kontaminan lain atau pemanasan saat kalsinasi atau sintering belum optimal (Negara dan
 375 Simpen 2018).

376 4. KESIMPULAN

377 Tepung CaO terbaik terpilih pada perlakuan suhu 800 °C selama 5 jam dengan
 378 karakteristik morfologi penampakan yang halus, berkurangnya granula yang tidak seragam,
 379 dan pori yang lebih kecil, kadar kalsium $91,96 \pm 5,07\%$, serta persentase derajat kristalinitas
 380 sebesar 75%. Selanjutnya perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk menaikkan suhu diatas
 381 800 °C, sehingga didapatkan morfologi tepung CaO yang lebih halus dan rasio Ca/P yang
 382 lebih rendah mendekati rasio Ca/P hidroksiapatit 1,67.

383 **UCAPAN TERIMA KASIH**

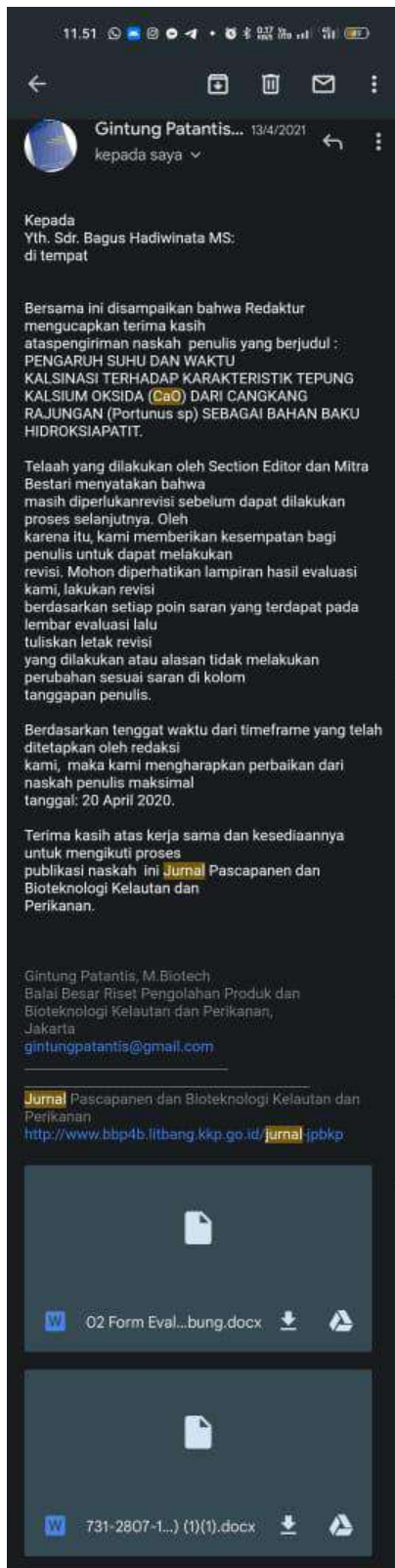
384 Ucapan terima kasih kepada pihak Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan
385 Bioteknologi Kelautan dan Perikanan atas dukungan finansial dan fasilitas dalam
386 melaksanakan penelitian ini.

387 **DAFTAR PUSTAKA**

- 388 Bose, Susmita, Solaiman Tarafder, Joe Edgington, and Amit Bandyopadhyay. 2011.
389 "Calcium Phosphate Ceramics in Drug Delivery." *Biomaterials for regenerative*
390 *medicine Calcium* 63(4): 93–98. www.tms.org/jom.html.
- 391 Cahyono, Eko, Juanita Fani Jonas, Bella Anjelika Lalenoh, and Nurfaida Kota. 2019.
392 "Karakterisasi Kalsium Karbonat (CaCO₃) Dari Cangkang Landak Laut (Diadema
393 Setosum)." *Jurnal Fishtech* 8(1): 28–34.
- 394 Dorozhkin, Sergey V. 2010. "Bioceramics of Calcium Orthophosphates." *Biomaterials* 31(7):
395 1465–85. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.11.050>.
- 396 Hafiludin. 2015. "Analisis Kandungan Gizi Pada Ikan Bandeng Yang Berasal Dari Habitat
397 Yang Berbeda." *Jurnal Kelautan* 8(1): 37–43.
- 398 Handayani, Lia, Reza Zuhrayani, Nadia Putri, and Riska Nanda. 2020. "Pengaruh Suhu
399 Kalsinasi Terhadap Nilai Rendemen CaO." *Jurnal TILAPIA* 1(1): 1–6.
- 400 Hanura, Aditya Bayu, Wini Trilaksani, and Pipih Suptijah. 2017. "Karakterisasi
401 Nanohidroksiapatit Tulang Tuna Thunnus Sp. Sebagai Sediaan Biomaterial." *Jurnal*
402 *Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis* 9(2): 619–30.
403 <http://journal.ipb.ac.id/index.php/jurnalikt>.
- 404 Harahap, Ari Wibowo, and Zuchra Helwani. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit Melalui
405 Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah Dengan Metode
406 Hidrotermal Pada Variasi PH Dan Waktu Reaksi." *Jom FTEKNIK* 2(2).
- 407 Henggu, Krisman Umbu, Bustami Ibrahim, and Pipih Suptijah. 2019. "Hidroksiapatit Dari
408 Cangkang Sotong Sebagai Sediaan Biomaterial Perancah Tulang." *JPHPI, Masyarakat*
409 *Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 22(1): 1–13.
- 410 Ichsan, R.H.N.A, Zuchra Helwani, and Zultiniar. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit Melalui
411 Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dari Cangkang Kerang Darah Dengan Metode
412 Hidrotermal Pada Variasi Waktu Reaksi Dan Rasio Ca/P." *JOM FTEKNIK* 2(2): 1–9.
- 413 Kantharia, Nidhi et al. 2014. "Nano-Hydroxyapatite and Its Contemporary Applications."
414 *Journal of Dental Research and Scientific Development* 1(1): 15.
- 415 Khoirudin, Mukhlis, Yelmida, and Zultiniar. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit
416 Dari Kulit Kerang Darah (Anadara Granosa) Dengan Proses Hidrotermal." *Jom*
417 *FTEKNIK* 2(2): 1–8.
- 418 Kolmas, Joanna, Sylwester Krukowski, Aleksandra Laskus, and Maria Jurkitewicz. 2016.
419 "Synthetic Hydroxyapatite in Pharmaceutical Applications." *Ceramics International*
420 42(2): 2472–87. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.10.048>.
- 421 Kurniawan, Akhmad et al. 2014. "Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap
422 Kekerasan Bentuk Morfologi, Dan Analisis Porositas Nanokomposit CaO/SiO₂ Untuk
423 Aplikasi Bahan Biomaterial." *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)* 4(2): 22.
- 424 Kurniawan, Asep Mufti, Sri Hartini, and Margareta Novian Cahyanti. 2019. "Pengaruh
425 Konsentrasi Fosfat Terhadap Perbandingan Ca / P Hidroksiapatit Dari Limbah Gypsum
426 Industri Keramik." *Ilmu-ilmu MIPA* 19(1): 46–56.
- 427 Kusumaningrum, Indrati, Doddy Sutono, and Bagus Fajar. 2016. "Pemanfaatan Tulang Ikan
428 Belida Sebagai Tepung Sumber Kalsium Dengan Metode Alkali." *Jphpi* 19(2): 148–55.
- 429 Malau, N.D., and S.F. Azzahra. 2020. "Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Karakteristik
430 Kristal CaO Dari Limbah Cangkang Kepiting." *Jurnal Pendidikan, Matematika, dan*
431 *Sains* 5(1): 83–92. <http://ejournal.uki.ac.id/index.php/edumatsains>.
- 432 Negara, I Made Sutha, and I Nengah Simpen. 2018. "Karakteristik Hidroksiapatit Hasil
433 Ekstraksi Termal Dari Tulang Limbah Dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Ion Selektif Biru
434 Metilen." *Cakra Kimia* 6(2): 123–30.
- 435 Ngapa, Yulius D. 2018. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) Dari Limbah

436 Dengan Metode Basah Presipitasi." *Jurnal Dinamika Sains* 2(1): 67–72.
437 Purwasasmita, BS, and RS Gultom. 2008. "Sintesis Dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit
438 Skala Sub Mikron Menggunakan Metode Presipitasi." *Jurnal Bionatura* 10(2): 155–67.
439 Puspita, Fenty Wiana, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi
440 Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras (Gallus Gallus) Menggunakan Metode
441 Pengendapan Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(2): 100–106.
442 Rana, Masud et al. 2017. "Extraction of Hydroxyapatite from Bovine and Human Cortical
443 Bone by Thermal Decomposition and Effect of Gamma Radiation: A Comparative
444 Study." *International Journal of Complementary & Alternative Medicine* 8(3).
445 Raya, Indah et al. 2015. "Synthesis and Characterizations of Calcium Hydroxyapatite
446 Derived from Crabs Shells (Portunus Pelagicus) and Its Potency in Safeguard against
447 to Dental Demineralizations." *International Journal of Biomaterials* 2015.
448 Rizkayanti, Yazida, and Yusril Yusuf. 2019. "In Press , Accepted Manuscript – Note to Users
449 Optimization of the Temperature Synthesis of Hydroxyapatite from Indonesian Crab
450 Shells In Press , Accepted Manuscript – Note to Users." *International Journal of*
451 *Nanoelectronics and Materials In*.
452 Rosalina, Wenny, Andries Pascawinata, and Masra Roesnoer. 2017. "Karakteristik Scaffold
453 Hidroksiapatit Dari Gigi Manusia Menggunakan Uji X-Ray Diffraction (XRD)." *Jurnal B-*
454 *Dent* 4(2): 133–40.
455 Suharto, Slamet, Romadhon, and Sri Redjeki. 2016. "Analisis Susut Bobot Pengukusan Dan
456 Rendaman Pengupasan Rajungan Berukuran Berbeda Dan Rajungan Bertelur."
457 *Fisheries Science and Technology (IJFST)* 12(1): 47–51.
458 Sunardi, Utami Irawati, and Totok Wianto. 2011. "Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan
459 Selatan Hasil Kalsinasi." *Jurnal Fisika FLUX* Vol 8: 59–65.
460 Supangat, Dicky, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi
461 Hidroksiapatit Dari Cangkang Kepiting (Scylla Serrata) Dengan Metode Pengendapan
462 Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(3): 143–49.
463 Warastuti, Yessy, and Basril Abbas. 2011. "Sintesis Dan Karakterisasi Pasta Injectable Bone
464 Substitute Iradiasi Berbasis Hidroksiapatit." *A Scientific Journal for The Applications of*
465 *sotopes and Radiation* 7(2): 73–82.
466 Yang, Yushi et al. 2014. "Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite with Different
467 Morphologies : Influence of Supersaturation of the Reaction System Hydrothermal
468 Synthesis of Hydroxyapatite with Different Morphologies : Influence of
469 Supersaturation of the Reaction System." *American Chemical Society, Crystal Growth*
470 *& Design* (January 2019). <https://www.researchgate.net/publication/272135311>.
471

Bukti Review Section Editor dan Mitra Bestari Tgl. 13/04.2021



PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KARAKTERISTIK TEPUNG KALSIUM OKSIDA (CaO) DARI CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus sp.*) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

(*Effect Of Temperature And Time Of Calcination On The Characteristics Of Calcium Oxide (CaO) Powder From Blue Swimming Crab (Portunus Sp) Shells As A Hydroxyapatite Raw Material*)

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengkalsinasi cangkang rajungan (*Portunus sp.*) menjadi tepung kalsium oksida (CaO) sebagai bahan baku sintesis hidroksiapatit. Kalsinasi merupakan salah satu tahapan penting dalam sintesis hidroksiapatit, karena kemurnian tepung CaO sangat bergantung pada suhu dan waktu kalsinasi. Pada penelitian ini, cangkang rajungan dikalsinasi pada suhu 700 dan 800 °C selama 4 dan 5 jam. Tepung CaO kemudian diidentifikasi gugus fungsi, morfologi, komposisi dan kristalinitas dengan menggunakan *fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR), *scanning electron microscope* (SEM) dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) dan *X-Ray diffraction* (XRD). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan morfologi yang lebih seragam pada ukurannya, dan pori-pori yang lebih halus dan lebih kecil dibanding perlakuan lainnya. Selain itu, kadar kalsium yang dihasilkan pada perlakuan ini lebih besar ($91,96 \pm 5,07\%$) dibanding dengan perlakuan lainnya. Hasil analisa XRD pada perlakuan ini menghasilkan derajat kristalinitas sebesar 75%. Dari beberapa hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa proses kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam menghasilkan tepung CaO yang baik untuk dijadikan bahan baku sintesis hidroksiapatit. Berdasarkan *ANOVA one way*, perlakuan suhu dan waktu terhadap perhitungan rendemen, jumlah massa kalsium dan karbon menunjukkan nilai berbeda nyata ($p < 0,05$). Sedangkan pada jumlah massa fosfat dan oksida menunjukkan nilai tidak berbeda nyata ($p > 0,05$).

Kata kunci : Cangkang rajungan, Kalsinasi, Tepung CaO

ABSTRACT

This study aims to calcine the crab shell (Portunus sp.) into calcium oxide (CaO) powder as a raw material for hydroxyapatite synthesis. Calcination is one of the important steps in hydroxyapatite synthesis because the purity of CaO powder is very dependent on the temperature and time of calcination. The crab shell calcination was carried out at 700 and 800 °C for 4 and 5 h. The CaO powder were identified its functional groups, morphology, composition and crystallinity using fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscope (SEM) with energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-Ray diffraction (XRD). The results showed calcination at 800 °C for 5 hours gave uniform size, and finer and smaller pores compare to others combination process. In addition, the total mass of calcium content produced in this treatment also higher ($91.96 \pm 5.07\%$) compare to other treatments with 75% degree of crystallinity using XRD analysis. To be conclude, calcination at 800 °C for 5 h was yielded CaO powder that could be used as the raw material for hydroxyapatite synthesis. Based on one-way ANOVA, temperature and time treatment of yield calculations, the total mass of calcium and carbon showed significantly different values ($p < 0.05$). Whereas the total mass of phosphate and oxide showed no significant difference ($p > 0.05$).

Keywords: crab shell, calcination, CaO powder

1. PENDAHULUAN

Cangkang rajungan merupakan hasil samping produksi pengolahan rajungan yang belum optimal dimanfaatkan. Dalam industri pengolahan rajungan di Indonesia, sebagian

44 besar rajungan dimanfaatkan dagingnya sebanyak 30,07% sampai 42,1% sebagai produk
45 kaleng (Suharto, Romadhon, & Redjeki, 2016). Dari nilai tersebut, 50%nya merupakan
46 cangkang rajungan yang merupakan limbah produksi. Padahal, cangkang rajungan memiliki
47 kalsium karbonat (CaCO_3) sekitar 40 sampai 70% (Suharto, Romadhon, and Redjeki 2016),
48 yang berperan sebagai pembentuk kalsium untuk hidroksiapatit (Raya, Mayasari, Yahya,
49 Syahrul, & Latunra, 2015). Hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit yang
50 mengandung hidroksida dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (Ngapa 2018), serta memiliki
51 kadar basa atau netral sebagai komponen utama jaringan tulang yang bersifat rapuh (Yang
52 et al. 2014). Kebutuhan hidroksiapatit dalam negeri masih sangat kurang. Dalam data BPPT
53 (2015), Indonesia masih mengimpor hidroksiapatit dengan harga Rp. 1,5 miliar per 5 mg
54 untuk perancah tulang (Henggu, Ibrahim, & Suptijah, 2019). Oleh karena itu, cangkang
55 rajungan memiliki potensi untuk di ekstraksi kalsiumnya menjadi bahan baku hidroksiapatit
56 dalam negeri.

57 Pada bidang farmasi, hidroksiapatit berfungsi sebagai *Drug Delivery System*, yaitu
58 media penghantar obat lewat strukturnya yang berpori. Jadi obat-obatan dimasukkan dalam
59 pori-pori hidroksiapatit dan mengirimkan ke area yang akan diobati untuk mencegah
60 osteoporosis atau kerapuhan tulang (Bose, Tarafdel, Edgington, & Bandyopadhyay, 2011).
61 Selain itu, hidroksiapatit berfungsi sebagai anti kanker pada penyakit kanker tulang, dimana
62 hidroksiapatit akan memperbaiki tulang yang terkikis, serta mengisi jaringan tulang yang
63 hilang (Kolmas, Krukowski, Laskus, & Jurkitewicz, 2016). Hidroksiapatit juga diaplikasikan
64 sebagai keramik biokompatibel yang berkontak dengan jaringan tulang (*bone tissue*), dan
65 sebagai pelapis (*coating*) pada implan tulang manusia (Harahap & Helwani 2015).
66 Hidroksiapatit selanjutnya dimanfaatkan sebagai pasta IBS yang disintesis dengan
67 menggunakan radiasi dan dapat digunakan sebagai graft biomaterial (Warastuti & Abbas
68 2011).

69 Sebelum menjadi hidroksiapatit, cangkang rajungan perlu dijadikan tepung kalsium
70 oksida (CaO) untuk menghilangkan unsur karbonat pada CaCO_3 . Keberadaan karbonat
71 dalam cangkang rajungan harus didekomposisi karena akan menghambat pembentukan
72 hidroksiapatit. Proses dekomposisi tersebut membantu menghasilkan kalsium atau tepung
73 CaO yang tinggi (Khoirudin, Yelmida, & Zultiniar, 2017). Tepung CaO merupakan salah satu
74 prekursor kalsium pada hidroksiapatit yang direaksikan dengan fosfat sehingga membentuk
75 rasio kalsium dan fosfat (Ca/P). Salah satu tanda hidroksiapatit terbaik adalah adanya rasio
76 Ca/P dengan nilai 1,67 (Kantharia et al. 2014). Oleh karena itu perlu dilakukan metode
77 perlakuan untuk mengubah cangkang rajungan menjadi tepung CaO .

78 Metode kalsinasi bertujuan melepaskan unsur-unsur karbonat pada cangkang
79 rajungan. Metode ini merupakan reaksi endotermik, dimana membutuhkan panas dari luar
80 untuk melepas kandungan air, senyawa organik, serta CO_2 pada sampel (Supangat and
81 Cahyaningrum 2017). Prinsip metode ini yaitu melakukan sistem pembakaran tanpa
82 menggunakan udara untuk melepaskan zat yang mudah terbakar seperti CO , CH_4 , H_2 , serta
83 yang tidak mudah terbakar seperti CO_2 dan H_2O . Proses kalsinasi dapat dilakukan pada
84 suhu 500 – 700 °C untuk temperatur rendah, suhu 700 – 900 °C untuk temperatur sedang,
85 dan >900 °C untuk temperatur tinggi (Handayani, Zuhayani, Putri, & Nanda, 2020). Oleh
86 karena itu, temperatur kalsinasi sangat menentukan CaO yang dihasilkan, selain itu faktor
87 bahan baku dan waktu pemanasan yang dipakai juga akan menentukan kualitas tepung
88 CaO tersebut.

89 Dalam penelitian sebelumnya, kalsinasi cangkang landak laut pada suhu 600 °C
90 selama 2 jam, menghasilkan tepung CaO dengan kadar kalsium $25,53 \pm 2,5\%$ (Cahyono,
91 Jonas, Lalenoh, & Kota, 2019). Selanjutnya, pada cangkang kepiting yang dikalsinasi
92 menjadi tepung CaO dengan suhu 1000 °C selama 6 dan 10 jam, menghasilkan warna yang
93 putih dengan struktur kristal, tetapi tidak berbentuk amorf (Malau and Azzahra 2020). Pada
94 penelitian cangkang rajungan Rizkayanti dan Yusuf (2019), telah dilakukan penelitian
95 tentang kalsinasi CaO dengan suhu 1000 °C selama 3 jam, tetapi belum diketahui
96 bagaimana karakteristik kadar kalsium, gugus fungsi yang terbentuk, serta derajat
97 kristalinitasnya. Selain itu, belum ada penelitian yang menjelaskan hasil tepung CaO dari
98 cangkang rajungan dengan pemakaian suhu sedang.

99 Oleh karena itu, penelitian ini mencoba mengetahui karakteristik tepung CaO dari
100 cangkang rajungan, dengan perlakuan suhu di level sedang dengan waktu berbeda.
101 Tujuannya adalah untuk mendapatkan tepung CaO terbaik dari 4 perlakuan kalsinasi
102 terhadap rendemen, gugus fungsi, morfologi, kadar kalsium, fosfat, dan oksida, serta
103 persentase kristalinitas sebagai bahan dasar hidroksiapatit.

104 **2. BAHAN DAN METODE**

105 **2.1. Bahan**

106 Bahan utama yang dipakai pada penelitian ini adalah cangkang rajungan yang berasal
107 dari unit pengolahan rajungan di TPI Pasir Putih, Karawang Jawa Barat. Cangkang rajungan
108 semi basah dikemas dalam karung untuk kemudian diangkut menuju Balai Besar Riset
109 Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan (BBRP2B-KP) di Jakarta.

110 **2.2. Metode**

111 Tahapan kalsinasi cangkang rajungan mengacu pada metode Rizkayanti dan Yusuf
112 (2019). Cangkang rajungan semi basah dicuci menggunakan air bersih segera setelah
113 sampai di Laboratorium. Cangkang dibersihkan dari kotoran dan sisa daging yang
114 menempel dengan cara menyikat cangkang. Cangkang yang telah disikat kemudian dicuci
115 kembali dengan air bersih. Cangkang yang telah bersih dijemur dengan menggunakan para
116 hingga kering selama 2 hari. Cangkang kering selanjutnya dihancurkan dengan mesin
117 blender HR2106 (*philips*, Belanda) dengan kecepatan 30 rpm. Tujuan pemakaian blender
118 adalah proses nya yang cepat dan kapasitas mesin yang mampu menghancurkan cangkang
119 rajungan sampai sedikit halus. Setelah dihancurkan, cangkang kemudian disaring dengan
120 kertas saring 100 mesh.

121 Tepung cangkang rajungan selanjutnya dikalsinasi dengan mesin furnace 6000
122 (*barnstead*, USA). Tujuan pemakaian mesin furnace ini karena mampu mengkalsinasi
123 sampel sampai 1000 °C, selain itu, mesin ini aman dan mudah untuk digunakan. pada suhu
124 level sedang, yaitu dengan suhu 700, dan 800 °C serta dengan variabel waktu selama 4 dan
125 5 jam. Penggunaan kalsinasi tepung CaO dari cangkang rajungan dengan suhu sedang
126 dikarenakan belum pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya.

127 Setelah kalsinasi, suhu pada mesin furnace diturunkan sampai 300 °C, selanjutnya
128 mesin furnace dimatikan, dan tepung CaO dibiarkan dalam furnace selama 5 jam. Tepung
129 CaO yang dihasilkan kemudian dilakukan pengangkatan dengan spatula ke dalam
130 desikator. Tepung CaO didiamkan selama 3 jam. Tepung CaO yang dihasilkan selanjutnya
131 dilakukan perhitungan rendemen, analisa gugus fungsi, derajat kristalinitas, morfologi, dan
132 kadar kalsium, fosfat, oksida, serta karbon.

133 **2.3. Analisa proksimat cangkang rajungan**

134 Cangkang rajungan yang sudah disaring, kemudian diambil sampel untuk dianalisa
135 proksimat. Analisa proksimat meliputi kadar air (SNI 01-2354.2:2006), kadar lemak (SNI 01-
136 2354.3-2006), kadar protein (SNI 01-2354.4-2006), dan kadar abu (SNI 2354.1:2010).

137 **2.4. Perhitungan Rendemen**

138 Perhitungan rendemen dilakukan dengan membandingkan berat tepung CaO,
139 dibandingkan dengan tepung cangkang rajungan kering sebelum proses kalsinasi.
140 Selanjutnya hasil pembagian dikalikan 100% untuk mendapatkan presentase rendemen
141 tepung CaO.

142 **2.5. Analisa gugus fungsi**

143 Analisa gugus fungsi menggunakan instrument mesin *Spectrum One FTIR (fourier*
144 *transform infrared spectroscopy)*, seri C69526 (*Perkin Elmer Precisely*, Jerman) yang
145 mampu membaca bilangan gelombang 4.000-400 cm^{-1} dengan resolusi 4 cm^{-1} . Sebelum
146 dilakukan analisa gugus fungsi sampel dipelletkan dengan KBr. Sebanyak 2 mg sampel
147 dicampur dengan pellet KBr dengan perbandingan 1/100, selanjutnya dimasukkan ke dalam

148 logam untuk dilakukan pengepresan dan pemvakuman dengan tekanan 7 ton selama 15
149 menit. sampel yang sudah di vakum selanjutnya dimasukkan ke instrumen FTIR. Langkah
150 selanjutnya adalah pembacaan gelombang gugus fungsi dengan aplikasi *spectrum 9*.

151 **2.6. Analisa morfologi**

152 Analisa morfologi menggunakan instrument SEM (*Scanning Electron Microscopy*).
153 Tepung CaO diambil secara *swab*, diletakkan pada plat logam tembaga yang berbentuk
154 bulat (*sample holder*). Selanjutnya, dilakukan proses pelapisan (*coating*) selama 1 menit
155 dengan lapisan emas, agar sampel memiliki sifat konduktif. Mikrostruktur tepung CaO
156 diamati menggunakan aplikasi software *JEOL 6000*, serta diambil gambarnya dengan
157 perbesaran hingga 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan pada akselerasi tegangan 20 kV.

158 **2.7. Analisa Persentase Kalsium, Fosfat, Karbon, dan Oksida**

159 Analisa persentase kadar kalsium, fosfat, dan oksida menggunakan SEM (*Scanning*
160 *Electron Microscopy*), yang sudah dilengkapi EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk
161 menentukan persentase kadar kalsium, fosfat, dan oksida. Tepung CaO diambil secara
162 *swab*, diletakkan pada plat sampel (*sample holder*). tepung CaO diamati menggunakan
163 aplikasi software *JEOL 6000*, dengan perbesaran 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan
164 pada akselerasi tegangan 20 kV. Selanjutnya objek diambil secara area, selanjutnya
165 dilakukan analisa terhadap persentase kalsium, fosfor, dan oksida. Jumlah massa yang
166 dihasilkan oleh software dijadikan dasar dalam perhitungan persentase kadar kalsium,
167 fosfat, karbon, dan oksida.

168 **2.8. Analisa derajat kristalinitas**

169 Analisa persentase kristalinitas tepung CaO dilakukan di Laboratorium Pusat
170 Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Serpong, Tangerang
171 Selatan. Analisa persentase derajat kristalinitas dilakukan dengan metode kuantitatif
172 menggunakan instrument *X-ray Diffraction* tipe *Rigaku Smartlab*, selanjutnya hasil analisa
173 dilakukan perhitungan dengan rumus di bawah ini berdasarkan Purwasasmita dan Gultom
174 (2008).

$$175 \text{ \% Kristalinitas} = 1 - ((V_{110}-I_{300})/I_{300}) \times 100\%$$

176 Keterangan;

177 $V_{110}-I_{300}$ = puncak terendah antara puncak hasil difraksi 112 sampai 300

178 I_{300} = intensitas puncak yang dihasilkan V_{300}

179 **2.9. Analisa Statistik**

180 Data diolah menggunakan dengan aplikasi SPSS seri 23 (SPSS Inc., Chicago, Ill,
181 USA) dalam mengolah nilai rata-rata, dan standar error pada analisa proksimat, perhitungan
182 rendemen, serta analisa jumlah kadar kalsium, fosfat, karbon, dan oksida. Selanjutnya,
183 pemakaian *analysis of varian* (ANOVA) *one way* untuk perbedaan nyata atau tidaknya
184 perhitungan rendemen, serta *two ways* untuk menganalisa perbedaan nyata atau tidaknya
185 pada analisa jumlah kadar kalsium, fosfat, karbon, dan oksida.

186 **3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

187 **3.1. Analisa Proksimat Cangkang Rajungan**

188 Hasil pengujian proksimat cangkang rajungan dapat dilihat pada Tabel 1. Hasil yang
189 ditampilkan merupakan hasil analisa dari 3 kali ulangan dan standard error.

190 Tabel 1. Analisa Proksimat Cangkang Rajungan

191 *Table 1. Analysis of Proximate Of Crab Shell*

PROKSIMAT/ Proximate	Air/Moisture	Abu/Ash	Lemak/ Fat	Protein/ Protein
Nilai Rata-Rata dan Standar Error/ Average Value and Standard Error (%)	7.36±0.001	63.12±0.004	0.28±0.004	13.18±0.01

192

Ket: n = 3

193

194

195

196

197

198

199

200

201

202

203

204

205

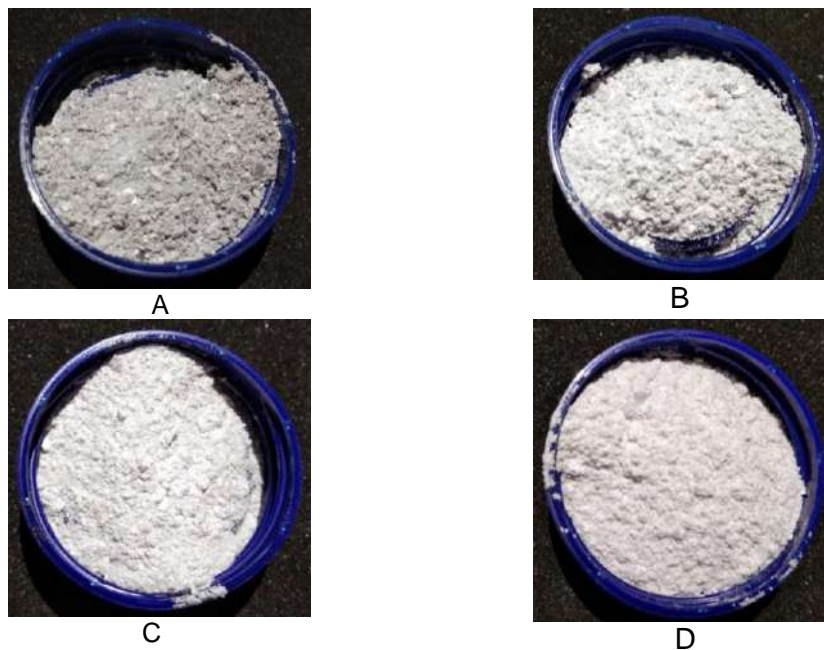
Kadar abu pada cangkang rajungan lebih besar dibandingkan dengan kadar proksimat lainnya. Selanjutnya, masih adanya protein dalam cangkang rajungan, kemungkinan disebabkan suhu pemanasan yang masih dalam level sedang. Menurut penelitian Lubena et al. (2020) menyatakan, cangkang rajungan mengandung kadar abu lebih besar 44,03%, daripada kadar protein 29,91%, dan kadar air 0,45%. Semakin besar kadar abu dibandingkan kadar protein, maka cangkang rajungan semakin keras dan memiliki kandungan mineral yang tinggi (Kusumaningrum, Sutono, & Fajar, 2016). Dalam kandungan mineral terdapat mineral makro yaitu Ca, Mg, Na, dan K (Hafiludin 2015). Hal ini berarti cangkang rajungan dapat dijadikan sebagai tepung kalsium oksida (CaO) karena memiliki nilai kadar abu yang tinggi dibandingkan kadar protein, air, dan lemak. Artinya, kalsium pada cangkang rajungan memungkinkan dijadikan bubuk hidroksiapatit dengan menambahkan prekursor fosfat, karena hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit yang terdiri dari precursor kalsium dan fosfat (Ngapa 2018).

206

3.2. Penampakan Tepung CaO Cangkang Rajungan

207

Hasil penampakan tepung CaO dapat dilihat pada Gambar 1.



208

209

210

211

212

213

Gambar 1. Tepung CaO hasil kalsinasi tepung cangkang rajungan pada berbagai perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; A. Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam, B. 700 °C selama 5 jam, C. 800 °C selama 4 jam, D. 800 °C selama 5 jam.

Figure 1. CaO powder from calcination of crab shell powder with temperature and time treatments; A. calcination treatments of 700 °C for 4 hours, B. 700 °C for 5 hours, C. 800 °C for 4 hours, D. 800 °C for 5 hours.

214

215

216

217

218

Hasil penampakan tepung CaO dengan suhu 700 °C selama 4 jam memiliki warna putih kehitaman, artinya belum sepenuhnya menghasilkan warna yang seragam. Selain itu, tekstur tepung CaO masih kasar dan belum sepenuhnya menjadi abu. Untuk suhu 700 °C selama 5 jam, penampakan tepung CaO hampir seluruhnya putih, tetapi masih ada cangkang yang berwarna kehitaman.

219

220

221

222

223

224

Tepung CaO pada perlakuan suhu 800 °C selama 4 jam telah menjadi putih sedikit kemerahan. Sedangkan, pada saat dikalsinasi 5 jam, tekstur tepung CaO sangat halus dan mulai menunjukkan warna putih seragam. Menurut Kusrini dan Sontang (2012), warna tepung CaO setelah kalsinasi berwarna hitam, menandakan bahwa dekomposisi matriks organik seperti protein dan kolagen tidak sempurna. Sedangkan warna putih menandakan sebaliknya dalam hal dekomposisi matriks organik yang sempurna (Rosalina,

225 Pascawinata, & Roesnoer, 2017). Berdasarkan morfologi hasil kalsinasi tepung CaO, maka
 226 dipilih perlakuan 800 °C selama 5 jam yang menghasilkan warna putih dan tekstur halus.

227 **3.3. Rendemen Tepung CaO**

228 Kalsinasi pada suhu 700 °C selama 4 jam memberikan rendemen yang paling tinggi
 229 dibanding dengan perlakuan lainnya, sementara kalsinasi pada suhu 800 °C selama 5 jam
 230 mumpunai rendemen yang terendah (Tabel 1.). Rendahnya rendemen pada suhu 800 °C
 231 dimungkinkan terjadi karena semakin lama waktu dan semakin tinggi suhu kalsinasi. Hal
 232 tersebut menyebabkan semakin banyak karbon yang hilang, sehingga semakin baik
 233 dekomposisi CO₂. Oleh karena itu, CaO yang dihasilkan tingkat kemurniannya semakin
 234 tinggi (Handayani et al., 2020)

235 Tabel 2. Rendemen tepung CaO
 236 *Table 2. Yield of Crab Shell CaO Powder*

Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time Of Calcination	700 °C , 4 jam/ hours	700 °C , 5 jam / hours	800 °C , 4 jam/ hours	800 °C , 5 jam/ hours
Nilai Rata-Rata dan Standar Error/ Average Value and Standard Error (%)	62.10±0.71 ^a	60.07±0.06 ^b	43.38±0.14 ^c	41.68±0.02 ^c

237 Ket/ info : n = 8 (n per proses = 2)

238 Notasi yang berbeda menunjukkan perbedaan yang signifikan terhadap perlakuan/
 239 *superscripts label denotes significant difference across treatments*

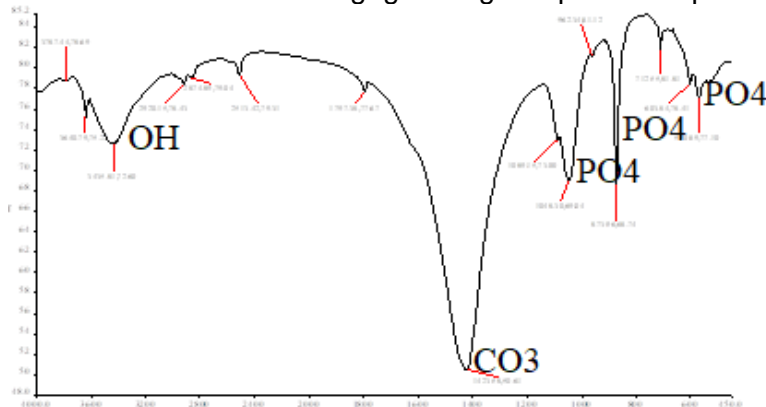
240

241 Analisis statistik menunjukkan, perlakuan suhu dan waktu berpengaruh nyata terhadap
 242 rendemen (p<0,05). Sedangkan pada hasil analisa lanjutan uji Tukey, perlakuan antara suhu
 243 700 °C selama 4 jam dan 5 jam °C menunjukkan rata-rata rendemen berbeda nyata dengan
 244 perlakuan lainnya, dengan signifikan (p<0,05). Akan tetapi, antara perlakuan suhu 800 °C
 245 selama 4 jam dengan 5 jam menunjukkan hasil rata-rata rendemen tidak berbeda nyata
 246 (p>0,05).

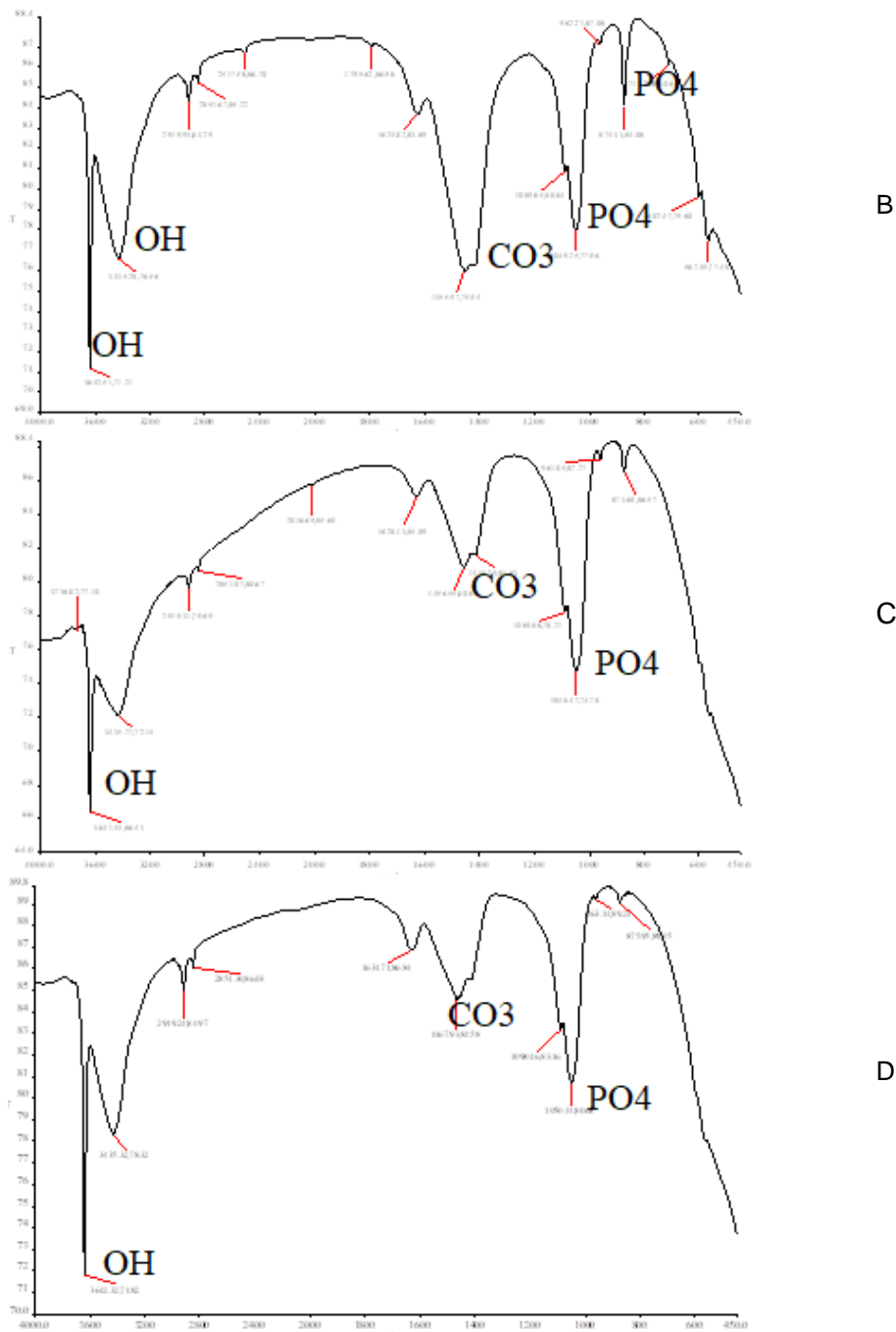
247

248 **3.4. Analisa Karakteristik Gugus Fungsi Tepung CaO Cangkang Rajungan**

249 Hasil analisa karakteristik gugus fungsi dapat dilihat pada Gambar 2.



A



250 Gambar 2. Hasil Analisa Gugus Fungsi Tepung Cao Cangkang Rajungan pada berbagai
 251 perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; A. Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam,
 252 B. 700 °C selama 5 jam, C. 800 °C selama 4 jam, D. 800 °C selama 5 jam.

253 *Figure 2. Results of Analysis of Molecule Groups of Cao Powder From Crab Shells with*
 254 *temperature and time treatments; A. calcination treatments of 700 °C for 4 hours,*
 255 *B. 700 °C for 5 hours, C. 800 °C for 4 hours, D. 800 °C for 5 hours.*

256 Hasil analisa gugus fungsi pada Gambar 2 menjelaskan bahwa, gugus fosfat (PO_4^{3-})
 257 muncul pada perlakuan suhu 700 °C selama 4 jam terdeteksi sebanyak tujuh lengkungan
 258 tajam pada gelombang 1089,15; dan 1048,30 cm^{-1} . Selanjutnya pada perlakuan 700 °C
 259 selama 5 jam masih terdapat tujuh lengkungan tajam, tetapi terjadi peningkatan pada
 260 gelombang PO_4^{3-} 1089,85; dan 1049,25 cm^{-1} . Sedangkan pada perlakuan 800 °C,
 261 berkurangnya lengkungan tajam menjadi empat yaitu pada saat 4 jam dengan gelombang
 262 1089,86; dan 1048,47 cm^{-1} , serta saat 5 jam dengan gelombang 1090,16; dan 1050,11 cm^{-1} .
 263 Berkurangnya lengkungan tajam, menandakan bahwa kandungan fosfat pada tepung CaO

264 berkurang. Pada empat perlakuan menandakan sudah ada unsur fosfat pada tepung CaO,
265 karena pada hidroksiapatit dibentuk oleh fosfat dengan ditandai pada gelombang 1000-1100
266 cm^{-1} (Riyanto & Maddu, 2014). Keberadaan gugus fosfat menandakan bahwa tepung CaO
267 dapat dijadikan bahan baku hidroksiapatit (Supangat & Cahyaningrum, 2017). Oleh karena
268 itu, keberadaan gugus PO_4^{3-} pada perlakuan suhu 800 °C selama 5 jam mengindikasikan
269 sebagai perlakuan terbaik sementara, dalam kalsinasi tepung CaO cangkang rajungan.

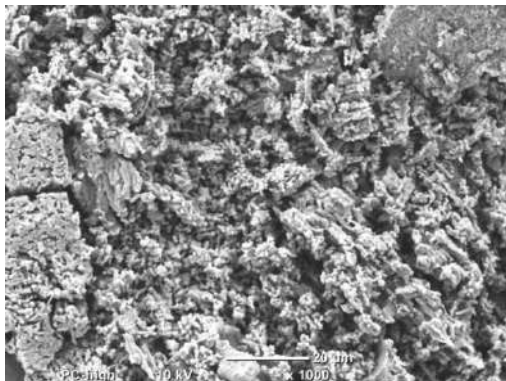
270 Masih terdapat gugus fungsi karbonat (CO_3^{2-}) pada seluruh perlakuan. Indikasi adanya
271 gugus fungsi karbonat terdapat pada gelombang 1400-1500 cm^{-1} (Hanura, Trilaksani, &
272 Suptijah, 2017). Hal ini ditandai dengan munculnya gelombang CO_3^{2-} pada perlakuan 700 °C
273 selama 4 jam sebesar 1423,58 cm^{-1} , dan pada saat 5 jam sebesar 1455,97 cm^{-1} . Sedangkan
274 pada perlakuan suhu 800 °C selama 4 jam, gelombang CO_3^{2-} sebesar 1456,55 cm^{-1} , dan
275 saat 5 jam sebesar 1467,93 cm^{-1} . Munculnya gugus fungsi CO_3^{2-} disebabkan munculnya
276 karbon dioksida dari udara bebas saat pengangkatan tepung CaO dari furnace ke desikator.
277 Selain itu, pengerjaan di ruang terbuka menyebabkan karbon dioksida masuk ke dalam
278 tepung CaO. Pengkalsinasian di ruangan bebas mengakibatkan munculnya karbon dioksida
279 pada sampel hasil kalsinasi (Kurniawan, Hartini, & Cahyanti, 2019).

280 Gugus hidroksil (OH^-) juga terjadi perlakuan kalsinasi pada suhu 700 °C selama 4 jam
281 sekitar 3746,02; 3641,44; dan 3435,77 cm^{-1} . Sedangkan pada waktu 5 jam, gelombang OH^-
282 3642,32 dan 2919,24 cm^{-1} . Untuk perlakuan kalsinasi cangkang rajungan pada suhu 800 °C
283 selama 4 jam, gelombang OH^- sekitar 3642,51 dan 3435,28 cm^{-1} . Sedangkan pada waktu 5
284 jam, gelombang OH^- 3787,44, dan 3640,79 cm^{-1} . Pada suhu 800 °C selama 5 jam, terlihat
285 bahwa lengkungan tajam pada gelombang 3640,79 cm^{-1} masih ada. Hal ini menandakan
286 bahwa pemanasan dalam pelepasan H_2O kurang sempurna. Hilangnya lengkungan tajam
287 pada gelombang 4000-3000 cm^{-1} , menandakan bahwa dekomposisi H_2O berjalan dengan
288 baik (Sunardi, Utami Irawati, & Wianto 2011). Masih adanya gugus OH^- disebabkan
289 penyimpanan tepung CaO yang terlalu lama di dalam furnace selama 5 jam setelah furnace.

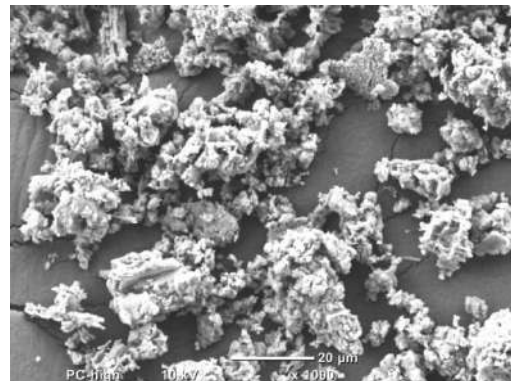
290 Berdasarkan hasil analisa gugus fungsi, maka variabel perlakuan kalsinasi 800 °C
291 menjadi yang terbaik. Hal ini ditandai dengan rendahnya gugus OH^- . akan tetapi, hal
292 tersebut perlu dilakukan analisa morfologi dan kadar kalsium fosfat untuk memastikan
293 perlakuan terbaik dari kalsinasi tepung CaO.

294 3.5. Analisa Morfologi Tepung CaO

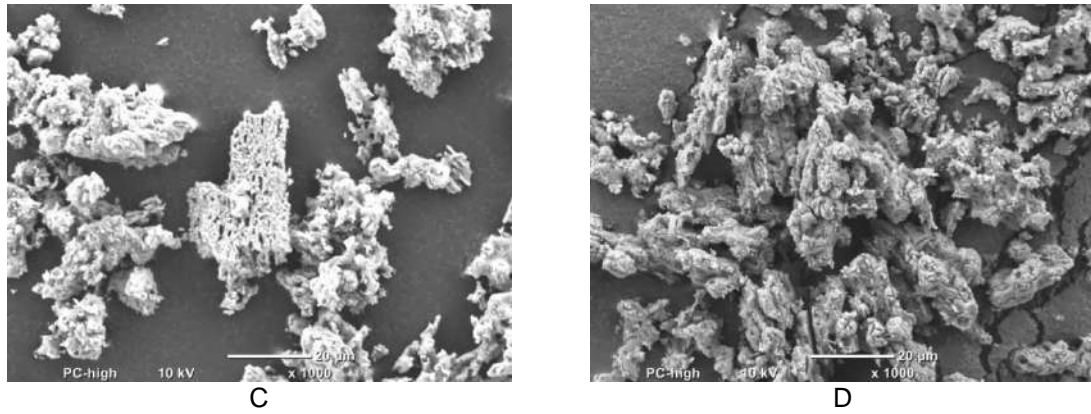
295 Hasil analisa morfologi tepung CaO dapat dilihat pada Gambar 3 dengan pembesaran
296 1000 kali.



A



B



297 Gambar 3. Hasil Analisa Morfologi Tepung CaO pada perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; A.
 298 Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam, B. 700 °C selama 5 jam, C. 800 °C
 299 selama 4 jam, D. 800 °C selama 5 jam.

300 *Figure 3. Morphological Analysis Results of CaO Powder with temperature and time*
 301 *treatments; A. calcination treatments of 700 °C for 4 hours, B. 700 °C for 5 hours,*
 302 *C. 800 °C for 4 hours, D. 800 °C for 5 hours.*

303 Hasil analisa morfologi dengan pembesaran 1000 kali menunjukkan bahwa cangkang
 304 rajungan yang telah dikalsinasi membentuk aglomerasi atau gumpalan. Hal ini sesuai
 305 dengan (Ichsan, Helwani, & Zultiniar, 2015) bahwa setelah proses kalsinasi, morfologi
 306 tepung CaO berbentuk gumpalan. Terdapat hampir kesamaan antara gambar a sampai c,
 307 dimana tepung kalsium berbentuk gumpalan datar berpori, serta masih terdapat granula
 308 yang tidak seragam. Permasalahan pada tepung CaO A sampai C adalah, bentuk morfologi
 309 partikelnya yang masih kasar. Hal ini terlihat berbeda dari tepung CaO D, dimana bentuk
 310 partikelnya mulai halus dan tidak kasar pada permukaannya. Morfologi CaO yang tajam
 311 dapat menyebabkan peradangan sampai melukai jaringan pada tubuh, sehingga
 312 memungkinkan membahayakan (Dorozhkin 2010). Untuk gambar d, terlihat bentuk sudah
 313 mulai halus dan pori sedikit kecil. Semakin besar suhu pemanasan, maka akan
 314 mengakibatkan pengecilan hingga penutupan pori-pori, serta akan menghilangnya batas-
 315 batas dari granula tersebut (Kurniawan, Nizar, Rijal, Bagas, & Setyarsih, 2014).

316 3.6. Analisa Persentase Jumlah Massa Kalsium (Ca), Fosfat (P), dan Oksida (O), dan 317 Karbon (C) Tepung CaO Cangkang Rajungan

318 Hasil analisa persentase jumlah massa kalsium, fosfat, oksida, dan karbon tepung
 319 CaO dengan instrumen SEM dapat dilihat pada Tabel 3.

320 Tabel 3. Analisa Jumlah Massa Persentase Ca, P, O, Dan C Tepung CaO

321 *Table 3. Percentage Analysis of Ca, P, O, and C CaO Powder*

Unsur/ Element	Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time Of Calcination	Rata-rata/ Average
Kalsium/ Calcium	700 °C selama 4 jam/ 700 °C for 4 hours	78.61±2.65 ^a
	700 °C selama 5 jam/ 700 °C for 5 hours	80.36 ± 1.31 ^a
	800 °C selama 4 jam/ 800 °C for 4 hours	89.88±0.22 ^b
	800 °C selama 5 jam/ 800 °C for 5 hours	91.96±2.93 ^b
Fosfat/ Phosphor	700 °C selama 4 jam/ 700 °C for 4 hours	3.84±1.81 ^a
	700 °C selama 5 jam/ 700 °C for 5 hours	5.12±2.04 ^a
	800 °C selama 4 jam/ 800 °C for 4 hours	2.40±0.23 ^a
	800 °C selama 5 jam/ 800 °C for 5 hours	5.09±1.57 ^a
Oksida/ Oxide	700 °C selama 4 jam/ 700 °C for 4 hours	8.79±2.85 ^a
	700 °C selama 5 jam/ 700 °C for 5 hours	6.60±0.52 ^a
	800 °C selama 4 jam/ 800 °C for 4 hours	4.21±0.58 ^a

Unsur/ Element	Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time Of Calcination	Rata-rata/ Average
	800 °C selama 5 jam/ 800 °C for 5 hours	2.63±0.73 ^a
Karbon/ Carbon	700 °C selama 4 jam/ 700 °C for 4 hours	8.76±1.59 ^a
	700 °C selama 5 jam/ 700 °C for 5 hours	4.33±0.19 ^b
	800 °C selama 4 jam/ 800 °C for 4 hours	3.51±0.18 ^b
	800 °C selama 5 jam/ 800 °C for 5 hours	3.14±0.86 ^b

322 Catatan/ note;

323 Notasi yang berbeda menunjukkan perbedaan yang signifikan terhadap perlakuan/ *superscripts label*
324 *denotes significant difference across treatments.*

325 Pada Tabel 3, jumlah massa kalsium terkecil terdapat pada perlakuan 700 °C selama
326 4 jam, sedangkan yang terbesar terdapat pada perlakuan 800 °C selama 5 jam. Kemudian
327 pada jumlah massa fosfat, perlakuan 800 °C selama 4 jam memiliki fosfat terkecil,
328 sedangkan perlakuan 700 °C selama 5 jam menunjukkan fosfat terbesar. Selanjutnya,
329 jumlah massa oksida terkecil terdapat pada perlakuan 800 °C selama 5 jam, sedangkan
330 perlakuan 700 °C selama 4 jam menunjukkan jumlah oksida terbesar. Kemudian pada
331 jumlah massa karbon menandakan pembakaran saat kalsinasi sempurna dalam hal
332 mendekomposisi kandungan karbon pada cangkang rajungan, karena secara umum
333 kalsinasi merupakan proses pembakaran untuk mendekomposisi zat yang mudah terbakar
334 seperti karbon (Setiawan, 2016). Jumlah karbon terbesar terdapat pada perlakuan 700 °C
335 selama 4 jam. Sedangkan yang paling kecil jumlah karbonnya terdapat pada perlakuan 800
336 °C selama 5 jam.

337 Hasil statistik menunjukkan, suhu dan waktu kalsinasi berbeda nyata pada jumlah
338 massa kalsium tepung CaO ($p < 0,05$). Pada uji lanjutan Tukey menyatakan, jumlah massa
339 kalsium antara 700 °C selama 4 jam dengan 5 jam tidak berbeda nyata ($p > 0,05$), kemudian
340 antara perlakuan 800 °C selama 4 jam dan 5 jam menunjukkan jumlah massa kalsium tidak
341 berbeda nyata ($p > 0,05$). Sedangkan pada jumlah masa fosfat dan oksida menunjukan
342 bahwa, suhu dan waktu kalsinasi tidak berbeda nyata tepung CaO ($p > 0,05$). Selanjutnya,
343 pada jumlah massa karbon tepung CaO menunjukkan hasil berbeda nyata ($p < 0,05$),
344 sehingga setelah uji lanjutan menyatakan, pada suhu 700 °C selama 4 jam, dengan
345 perlakuan lainnya menunjukkan jumlah massa yang berbeda nyata ($p < 0,05$), sedangkan
346 antara perlakuan suhu 700 °C selama 5 jam, 800 °C selama 4 jam, dan 5 jam menunjukkan
347 jumlah massa yang tidak berbeda nyata ($p > 0,05$).

348 Berdasarkan hasil analisa EDS, dapat disimpulkan perlakuan terbaik adalah pada
349 suhu 800 °C dengan waktu 5 jam karena menghasilkan kadar kalsium yang terbesar.
350 Tepung CaO ini kemudian dapat diolah lebih lanjut menjadi bubuk hidroksiapatit dengan
351 dicampur prekursor fosfat. Fosfat jenis H_3PO_4 berfungsi untuk menambahkan kadar fosfat
352 pada reaksi sintesis hidroksiapatit (Puspita and Cahyaningrum 2017).

353 3.7. Analisa Persentase Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan

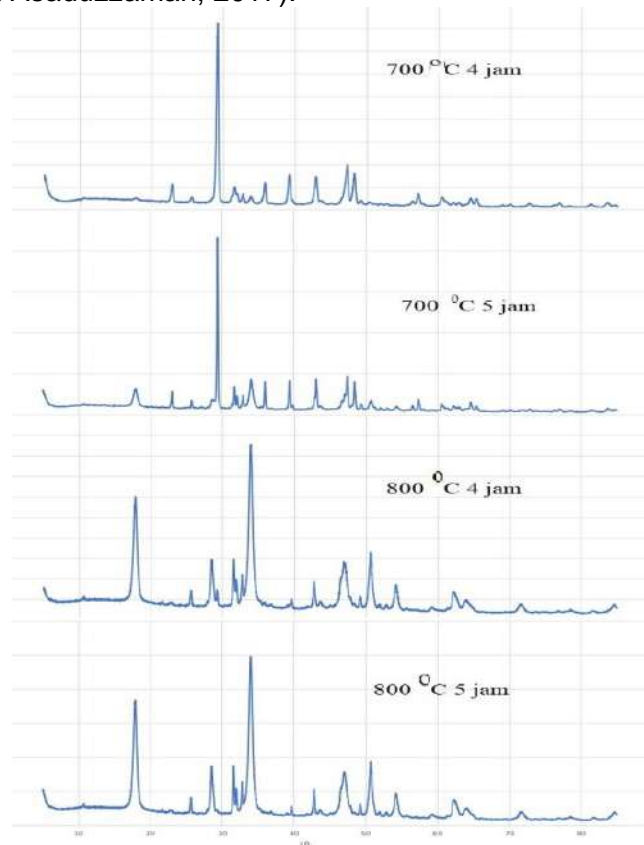
354 Hasil perhitungan derajat kristalinitas tepung CaO dapat dilihat pada Tabel 4.
355 Sedangkan analisa kualitatif terdapat pada Gambar 4.

356 Tabel 4. Hasil Perhitungan Rata-rata Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan
357 *Table 4. Results of Calculation of Degree of Crystallinity of Crab Shell CaO Powder*

Suhu dan Waktu Kalsinasi/ Temperature and Time of Calcination	700°C 4 jam/ 700°C 4 hours	700°C 5 jam/ 700°C 5 hours	800°C 4 jam/ 800°C 4 hours	800°C 5 jam/ 800°C 5 hours
Hasil Derajat Kristalinitas/ Result of Degree of Crystallinity (%)	64	70	71,67	75,71

358 Berdasarkan Tabel 4, derajat kristalinitas terendah terdapat pada perlakuan suhu
359 700 °C 4 jam dengan nilai 64%. Sedangkan pada perlakuan tertinggi terdapat pada suhu

360 800 °C selama 5 jam yaitu 75%. Sebagai material pembuatan hidroksiapatit, perlakuan
361 tepung CaO terpilih adalah pada derajat kristalinitas yang terbesar yaitu pada perlakuan 800
362 °C selama 5 jam. Hasil derajat kristalinitas sebesar 75%, dapat dikatakan bahwa tepung
363 CaO mampu menjadi prekursor kalsium untuk hidroksiapatit. Hal ini dikarenakan
364 hidroksiapatit memiliki persentase derajat dengan nilai terbaik diatas 70% (Rana, Akhtar,
365 Rahman, Jamil, & Asaduzzaman, 2017).



366
367 Gambar 4. Hasil Analisa Kualitatif XRD Tepung CaO
368 *Figure 4. Results of Qualitative XRD Analysis of CaO Powders*

369 Pada Gambar 4, getaran gelombang kristalinitas masih terdapat pelebaran
370 lengkungan getaran atau belum tajam. Hal tersebut menandakan pemanasan masih belum
371 sepenuhnya sempurna menjadi hidroksiapatit, artinya masih harus dilakukan pemanasan
372 lanjutan. Hal tersebut dikatakan wajar karena masih berupa tepung CaO. Dengan drajat
373 kristalinitas tepung CaO 75%, dapat dilakukan pemanasan lebih lanjut menjadi hidroksiapatit
374 sehingga pemanasan dapat menjadi sempurna. Selain itu, masih terdapat kontaminan pada
375 tepung CaO. Jika puncak yang semakin tajam pada grafik, menandakan seluruh perlakuan
376 hidroksiapatit sudah menghasilkan kristal murni. Jika puncak melebar, maka masih terdapat
377 kontaminan lain atau pemanasan saat kalsinasi atau sintering belum optimal (Negara dan
378 Simpen 2018).

379 **4. KESIMPULAN**

380 Tepung CaO terbaik terpilih pada perlakuan suhu 800 °C selama 5 jam dengan
381 karakteristik morfologi penampakan yang halus, berkurangnya granula yang tidak seragam,
382 dan pori yang lebih kecil, kadar kalsium $91,96 \pm 5,07\%$, serta persentase derajat kristalinitas
383 sebesar 75%. Selanjutnya perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk menaikkan suhu diatas
384 800 °C, sehingga didapatkan morfologi tepung CaO yang lebih halus dan rasio Ca/P yang
385 lebih rendah mendekati rasio Ca/P hidroksiapatit 1,67.

386 **UCAPAN TERIMA KASIH**

387 Ucapan terima kasih kepada pihak Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan
388 Bioteknologi Kelautan dan Perikanan atas dukungan finansial dan fasilitas dalam
389 melaksanakan penelitian ini.

390 DAFTAR PUSTAKA

- 391 Bose, Susmita, Solaiman Tarafder, Joe Edgington, and Amit Bandyopadhyay. 2011.
392 "Calcium Phosphate Ceramics in Drug Delivery." *Biomaterials for regenerative*
393 *medicine Calcium* 63(4): 93–98. www.tms.org/jom.html.
- 394 Cahyono, Eko, Juanita Fani Jonas, Bella Anjelika Lalenoh, and Nurfaida Kota. 2019.
395 "Karakterisasi Kalsium Karbonat (CaCO₃) Dari Cangkang Landak Laut (Diadema
396 Setosum)." *Jurnal Fishtech* 8(1): 28–34.
- 397 Dorozhkin, Sergey V. 2010. "Bioceramics of Calcium Orthophosphates." *Biomaterials* 31(7):
398 1465–85. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.11.050>.
- 399 Hafiludin. 2015. "Analisis Kandungan Gizi Pada Ikan Bandeng Yang Berasal Dari Habitat
400 Yang Berbeda." *Jurnal Kelautan* 8(1): 37–43.
- 401 Handayani, Lia, Reza Zuhrayani, Nadia Putri, and Riska Nanda. 2020. "Pengaruh Suhu
402 Kalsinasi Terhadap Nilai Rendemen CaO." *Jurnal TILAPIA* 1(1): 1–6.
- 403 Hanura, Aditya Bayu, Wini Trilaksani, and Pipih Suptijah. 2017. "Karakterisasi
404 Nanohidroksiapatit Tulang Tuna Thunnus Sp. Sebagai Sediaan Biomaterial." *Jurnal*
405 *Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis* 9(2): 619–30.
406 <http://journal.ipb.ac.id/index.php/jurnalikt>.
- 407 Harahap, Ari Wibowo, and Zuchra Helwani. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit Melalui
408 Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah Dengan Metode
409 Hidrotermal Pada Variasi PH Dan Waktu Reaksi." *Jom FTEKNIK* 2(2).
- 410 Henggu, Krisman Umbu, Bustami Ibrahim, and Pipih Suptijah. 2019. "Hidroksiapatit Dari
411 Cangkang Sotong Sebagai Sediaan Biomaterial Perancah Tulang." *JPHPI, Masyarakat*
412 *Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* 22(1): 1–13.
- 413 Ichsan, R.H.N.A, Zuchra Helwani, and Zultiniar. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit Melalui
414 Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dari Cangkang Kerang Darah Dengan Metode
415 Hidrotermal Pada Variasi Waktu Reaksi Dan Rasio Ca/P." *JOM FTEKNIK* 2(2): 1–9.
- 416 Kantharia, Nidhi et al. 2014. "Nano-Hydroxyapatite and Its Contemporary Applications."
417 *Journal of Dental Research and Scientific Development* 1(1): 15.
- 418 Khoirudin, Mukhlis, Yelmida, and Zultiniar. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit
419 Dari Kulit Kerang Darah (Anadara Granosa) Dengan Proses Hidrotermal." *Jom*
420 *FTEKNIK* 2(2): 1–8.
- 421 Kolmas, Joanna, Sylwester Krukowski, Aleksandra Laskus, and Maria Jurkitewicz. 2016.
422 "Synthetic Hydroxyapatite in Pharmaceutical Applications." *Ceramics International*
423 42(2): 2472–87. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.10.048>.
- 424 Kurniawan, Akhmad et al. 2014. "Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap
425 Kekerasan Bentuk Morfologi, Dan Analisis Porositas Nanokomposit CaO/SiO₂ Untuk
426 Aplikasi Bahan Biomaterial." *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)* 4(2): 22.
- 427 Kurniawan, Asep Mufti, Sri Hartini, and Margareta Novian Cahyanti. 2019. "Pengaruh
428 Konsentrasi Fosfat Terhadap Perbandingan Ca / P Hidroksiapatit Dari Limbah Gypsum
429 Industri Keramik." *Ilmu-ilmu MIPA* 19(1): 46–56.
- 430 Kusumaningrum, Indrati, Doddy Sutono, and Bagus Fajar. 2016. "Pemanfaatan Tulang Ikan
431 Belida Sebagai Tepung Sumber Kalsium Dengan Metode Alkali." *Jphpi* 19(2): 148–55.
- 432 Malau, N.D., and S.F. Azzahra. 2020. "Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Karakteristik
433 Kristal CaO Dari Limbah Cangkang Kepiting." *Jurnal Pendidikan, Matematika, dan*
434 *Sains* 5(1): 83–92. <http://ejournal.uki.ac.id/index.php/edumatsains>.
- 435 Negara, I Made Sutha, and I Nengah Simpen. 2018. "Karakteristik Hidroksiapatit Hasil
436 Ekstraksi Termal Dari Tulang Limbah Dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Ion Selektif Biru
437 Metilen." *Cakra Kimia* 6(2): 123–30.
- 438 Ngapa, Yulius D. 2018. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) Dari Limbah
439 Dengan Metode Basah Presipitasi." *Jurnal Dinamika Sains* 2(1): 67–72.
- 440 Purwasasmita, BS, and RS Gultom. 2008. "Sintesis Dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit

441 Skala Sub Mikron Menggunakan Metode Presipitasi." *Jurnal Bionatura* 10(2): 155–67.
442 Puspita, Fenty Wiana, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi
443 Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras (Gallus Gallus) Menggunakan Metode
444 Pengendapan Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(2): 100–106.
445 Rana, Masud et al. 2017. "Extraction of Hydroxyapatite from Bovine and Human Cortical
446 Bone by Thermal Decomposition and Effect of Gamma Radiation: A Comparative
447 Study." *International Journal of Complementary & Alternative Medicine* 8(3).
448 Raya, Indah et al. 2015. "Synthesis and Characterizations of Calcium Hydroxyapatite
449 Derived from Crabs Shells (Portunus Pelagicus) and Its Potency in Safeguard against
450 to Dental Demineralizations." *International Journal of Biomaterials* 2015.
451 Rizkayanti, Yazida, and Yusril Yusuf. 2019. "In Press , Accepted Manuscript – Note to Users
452 Optimization of the Temperature Synthesis of Hydroxyapatite from Indonesian Crab
453 Shells In Press , Accepted Manuscript – Note to Users." *International Journal of
454 Nanoelectronics and Materials In*.
455 Rosalina, Wenny, Andries Pascawinata, and Masra Roesnoer. 2017. "Karakteristik Scaffold
456 Hidroksiapatit Dari Gigi Manusia Menggunakan Uji X-Ray Diffraction (XRD)." *Jurnal B-
457 Dent* 4(2): 133–40.
458 Setiawan, Muhammad Arif. 2016. *Studi Variasi Ukuran Butir Proses Desulfurisasi Kokas
459 Petroleum Yang Terkalsinasi*. Tugas Akhir Program Studi Teknik Material dan Metalurgi
460 Institut Teknologi Sepuluh November
461 <http://dx.doi.org/10.1016/j.cirp.2016.06.001><http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2016.12.055><https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.02.006><https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.04.024><https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.127252><http://dx.doi.org/10.1016/j.cirp.2016.06.001>
462
463
464 Suharto, Slamet, Romadhon, and Sri Redjeki. 2016. "Analisis Susut Bobot Pengukusan Dan
465 Rendaman Pengupasan Rajungan Berukuran Berbeda Dan Rajungan Bertelur."
466 *Fisheries Science and Technology (IJFST)* 12(1): 47–51.
467 Sunardi, Utami Irawati, and Totok Wianto. 2011. "Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan
468 Selatan Hasil Kalsinasi." *Jurnal Fisika FLUX* Vol 8: 59–65.
469 Supangat, Dicky, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi
470 Hidroksiapatit Dari Cangkang Kepiting (Scylla Serrata) Dengan Metode Pengendapan
471 Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(3): 143–49.
472 Warastuti, Yessy, and Basril Abbas. 2011. "Sintesis Dan Karakterisasi Pasta Injectable Bone
473 Substitute Iradiasi Berbasis Hidroksiapatit." *A Scientific Journal for The Applications of
474 sotopes and Radiation* 7(2): 73–82.
475 Yang, Yushi et al. 2014. "Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite with Different
476 Morphologies : Influence of Supersaturation of the Reaction System Hydrothermal
477 Synthesis of Hydroxyapatite with Different Morphologies : Influence of
478 Supersaturation of the Reaction System." *American Chemical Society, Crystal Growth
479 & Design* (January 2019). <https://www.researchgate.net/publication/272135311>.
480

Bukti Permintaan Proofreading tgl 18/05/2021



OPTIMASI WAKTU DAN SUHU KALSINASI TEPUNG CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus* sp.) SEBAGAI BAHAN BAKU HIDROKSIAPATIT

*The Optimization of Time and Temperature to Calcine The Crab Shell (*Portunus* sp.) Powder as Raw Material of Hydroxyapatite*

Bagus Hadiwinata^{1*}, Fera Roswita Dewi², Dina Fransiska², dan Niken Dharmayanti³

¹ Sekolah Usaha Perikanan Menengah Negeri Kotaagung,

Jl. Pantai Harapan, Ds. Way Gelang, Lampung, 35384, Indonesia

²Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan,

Jl. KS Tubun, Petamburan VI, Jakarta Pusat, DKI Jakarta, 10260, Indonesia

³ Politeknik Ahli Usaha Perikanan, Jl. Raya Pasar Minggu, Jakarta Selatan, DKI Jakarta, 12520, Indonesia

*Korespondensi penulis : bagusyadiwinatams@gmail.com,

Diterima: 1 Februari 2021; Direvisi: 13 April 2021; Disetujui: 11 Juni 2021

ABSTRAK

Kalsinasi merupakan salah satu tahapan penting dalam sintesis hidroksiapatit, karena kemurnian tepung CaO sangat tergantung pada suhu dan waktu kalsinasi. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan waktu dan suhu optimum pada kalsinasi tepung cangkang rajungan (*Portunus* sp.) pada pembuatan tepung kalsium oksida (CaO). Pada penelitian ini, cangkang rajungan dikalsinasi pada suhu 700 dan 800°C selama 4 dan 5 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa perlakuan suhu dan waktu kalsinasi berpengaruh terhadap rendemen, jumlah massa kalsium, dan karbon dari tepung CaO ($p < 0,05$). Sedangkan jumlah massa fosfor dan oksida tidak dipengaruhi oleh perlakuan kalsinasi ($p > 0,05$). Tepung CaO kemudian diidentifikasi gugus fungsi, morfologi, komposisi, dan kristalinitasnya menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS), dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil pengamatan menunjukkan tepung CaO terbaik diperoleh dari perlakuan kalsinasi pada suhu 800°C selama 5 jam, menghasilkan morfologi tepung dengan ukuran yang lebih seragam serta pori-pori yang lebih halus dan lebih kecil dibandingkan perlakuan lainnya. Selain itu, kadar kalsium dan derajat kristalinitas yang dihasilkan pada perlakuan tersebut lebih besar dibandingkan dengan perlakuan lainnya, yaitu berturut-turut 91,96±5,07% dan 75%. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa proses kalsinasi pada suhu 800°C selama 5 jam menghasilkan tepung CaO yang paling optimum dan dapat dijadikan bahan baku sintesis hidroksiapatit.

KATA KUNCI : cangkang rajungan, kalsinasi, tepung CaO, hidroksiapatit

ABSTRACT

*Calcination is one of the important steps in the synthesis of hydroxyapatite because the purity of CaO powder is highly dependent on the temperature and time of calcination. This study aimed to optimize the time and temperature of calcination on the production of *Portunus* sp. calcium oxide (CaO) powder. In this study, crab shells were calcined at 700 and 800°C for 4 and 5 hours. The results showed that the temperature and time of calcination affected the yield, total mass of calcium, and carbon of CaO powder ($p < 0.05$). Meanwhile, the mass amount of phosphor and oxide was not affected by the calcination treatment ($p > 0.05$). The CaO powder was identified its functional groups, morphology, composition, and crystallinity using *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM) with *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS), and *X-Ray Diffraction* (XRD), respectively. The results showed the best CaO powder was obtained from the calcination treatment at a temperature of 800°C for 5 hours. The CaO morphology was uniform in size, finer, and smaller pores than that of other treatments. In addition, the calcium content and degree of crystallinity produced by this treatment were greater than other treatments, i.e. 91.96±5.07% and 75%, respectively. It can be concluded that the calcination process at 800°C for 5 hours produces the best CaO powder and can be used as raw material for the synthesis of hydroxyapatite.*

KEYWORDS: crab shell, calcination, CaO powder, hydroxyapatite

PENDAHULUAN

Cangkang rajungan merupakan hasil samping pengolahan rajungan yang belum optimal pemanfaatannya. Industri pengolahan rajungan di Indonesia memanfaatkan 30,07% sampai 42,1% bagian rajungan untuk diambil dagingnya, terutama untuk produk kaleng (Suharto, Romadhon, & Redjeki, 2016). Sekitar 50% cangkang rajungan menjadi limbah dan dilaporkan memiliki kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) sekitar 40 sampai 70% (Suharto et al., 2016) yang dapat dimanfaatkan sebagai kalsium pada sintesis hidroksiapatit (Raya, Mayasari, Yahya, Syahrul, & Latunra, 2015). Tingginya kandungan kalsium karbonat menjadikan cangkang rajungan memiliki potensi untuk diekstrak kalsiumnya menjadi bahan baku hidroksiapatit dalam negeri.

Hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit yang mengandung hidroksida dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (Ngapa, 2018), serta memiliki kadar basa mendekati netral sebagai komponen utama jaringan tulang yang bersifat rapuh (Yang et al., 2014). Produksi hidroksiapatit dalam negeri masih sangat kurang, sehingga Indonesia masih harus mengimpor dengan harga Rp. 1,5 miliar per 5 mg untuk perancah tulang (Henggu, Ibrahim, & Suptijah, 2019). Pada bidang farmasi, hidroksiapatit berfungsi sebagai *drug delivery system*, yaitu media penghantar obat melalui strukturnya yang berpori (Bose, Tarafder, Edgington, & Bandyopadhyay, 2011).

Hidroksiapatit juga dapat berfungsi sebagai anti kanker pada penyakit kanker tulang, yaitu untuk memperbaiki tulang yang terkikis serta mengisi jaringan tulang yang hilang (Kolmas, Krukowski, Laskus, & Jurkitewicz, 2016). Hidroksiapatit dapat diaplikasikan sebagai biokeramik yang kontak dengan jaringan tulang (*bone tissue*) dan sebagai pelapis (*coating*) pada implan tulang (Harahap & Helwani, 2015). Hidroksiapatit juga bermanfaat sebagai pasta *injectable bone substitute* (IBS) yang disintesis dengan radiasi dan dapat digunakan sebagai *graft biomaterial* (Warastuti & Abbas, 2011).

Untuk menjadi hidroksiapatit, cangkang rajungan perlu diproses menjadi tepung kalsium oksida (CaO) terlebih dahulu guna menghilangkan unsur karbonat pada CaCO_3 . Keberadaan karbonat harus didekomposisi karena akan menghambat pembentukan hidroksiapatit. Proses dekomposisi tersebut berguna untuk menghasilkan tepung CaO dengan kandungan kalsium tinggi (Khoirudin, Yelmida, & Zultiniar, 2015). Tepung CaO merupakan salah satu prekursor kalsium pada sintesis hidroksiapatit. CaO direaksikan dengan fosfor sehingga membentuk rasio kalsium dan fosfor (Ca/P) yang diinginkan. Salah satu kriteria hidroksiapatit yang baik adalah rasio Ca/P

sebesar 1,67 (Kantharia et al., 2014). Oleh karena itu perlu dilakukan optimasi pada proses pengolahan cangkang rajungan menjadi tepung CaO untuk mendapatkan tepung CaO dengan karakteristik yang diinginkan.

Kalsinasi merupakan proses untuk melepaskan unsur-unsur karbonat pada cangkang rajungan. Proses kalsinasi dapat dilakukan pada suhu 500-700°C untuk temperatur rendah, 700-900°C untuk temperatur sedang, dan >900°C untuk temperatur tinggi (Handayani, Zuhrayani, Putri, & Nanda, 2020). Keberhasilan proses kalsinasi cangkang rajungan dapat dipengaruhi oleh karakteristik bahan baku, temperatur, dan waktu kalsinasi. Pada penelitian cangkang rajungan sebelumnya telah dilakukan kalsinasi CaO dengan suhu 1.000°C selama 3 jam, tetapi belum diketahui bagaimana karakteristik kalsium, gugus fungsi yang terbentuk, serta derajat kristalinitasnya (Rizkayanti & Yusuf, 2019).

Saat ini, belum ada penelitian yang menjelaskan hasil tepung CaO dari cangkang rajungan dengan pemakaian suhu sedang. Penelitian ini melakukan kalsinasi tepung cangkang rajungan dengan suhu sedang, yaitu 700°C selama 4 dan 5 jam, serta 800°C selama 4 dan 5 jam. Selanjutnya dilakukan analisis karakteristik tepung CaO dari cangkang rajungan, dengan perlakuan suhu kalsinasi pada kategori sedang dengan waktu berbeda. Tujuannya adalah untuk mendapatkan tepung CaO dengan karakteristik terbaik dengan melihat parameter pendukung sebagai bahan dasar hidroksiapatit.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan utama yang dipakai pada penelitian ini adalah cangkang rajungan (*Portunus* sp.) yang berasal dari unit pengolahan rajungan di TPI Pasir Putih, Karawang, Jawa Barat. Cangkang rajungan semi basah dikemas dalam karung untuk kemudian diangkut pada suhu 3-5°C menuju Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan (BBRP2B-KP) di Jakarta.

Metode

Tahapan kalsinasi cangkang rajungan mengacu pada metode Rizkayanti dan Yusuf (2019). Cangkang rajungan semi basah dicuci menggunakan air bersih segera setelah sampai di laboratorium untuk membersihkan kotoran dan sisa daging dengan menyikat cangkang kemudian dibilas kembali dengan air bersih. Cangkang yang telah bersih dijemur hingga kering selama 2 hari. Cangkang kering selanjutnya

dihancurkan dengan blender HR2106 (*Philips*) dengan kecepatan 30 rpm. Hancuran cangkang kemudian disaring dengan saringan plastik berukuran 100 mesh. Cangkang rajungan yang sudah disaring kemudian dianalisis kandungan proksimatnya yang meliputi kadar air (BSN, 2006a), lemak (BSN, 2006b), protein (BSN, 2006c), dan abu (BSN, 2010).

Tepung cangkang rajungan dikalsinasi dalam *furnace* 6000 (*barnstead*, USA) pada suhu 700 dan 800°C selama 4 dan 5 jam. Setelah kalsinasi, suhu *furnace* diturunkan sampai 300°C, selanjutnya dimatikan, dan tepung CaO dibiarkan dalam *furnace* selama 5 jam. Tepung CaO yang dihasilkan kemudian dipindahkan ke dalam desikator dan didiamkan selama 3 jam. Selanjutnya dilakukan perhitungan rendemen tepung CaO, analisis gugus fungsi, derajat kristalinitas, morfologi, kadar kalsium, fosfor, oksida, serta karbon. Rendemen dihitung dengan membandingkan berat tepung CaO dengan tepung cangkang rajungan kering sebelum proses kalsinasi.

Analisis gugus fungsi

Analisis gugus fungsi dilakukan menggunakan instrumen *Spectrum One* FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) seri C69526 (*Perkin Elmer*) yang mampu membaca pada bilangan gelombang 4.000-400 cm^{-1} dengan resolusi 4 cm^{-1} . Sebelum dilakukan analisis gugus fungsi, sampel dipeletkan dengan KBr. Sebanyak 2 mg sampel dicampur dengan KBr pada perbandingan 1/100 kemudian dibuat pelet dengan tekanan 7 ton selama 15 menit. Spektrum yang dihasilkan dianalisis gugus fungsinya berdasarkan Warastuti dan Abbas (2011).

Analisis morfologi

Morfologi tepung CaO dianalisis menggunakan instrumen SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Tepung CaO diambil secara *swab* kemudian dilakukan proses pelapisan (*coating*) dengan logam emas (Au) selama 1 menit. Mikrostruktur tepung CaO diamati menggunakan *software JEOL 6000* serta didokumentasikan gambarnya dengan perbesaran hingga 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan pada akselerasi tegangan 20 kV.

Analisis persentase kalsium, fosfor, karbon, dan oksida

Analisis komposisi kalsium, fosfor, dan oksida dilakukan menggunakan SEM yang dilengkapi EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk menentukan persentase kadar kalsium, fosfor, dan oksida. Tepung CaO diambil secara *swab*, diletakkan pada plat sampel (*sample holder*), lalu diamati menggunakan *software JEOL 6000* pada perbesaran 1000 kali. Proses pengukuran dilakukan pada

akselerasi tegangan 20 kV. Selanjutnya dilakukan analisis terhadap persentase kalsium, fosfor, dan oksida mengacu pada metode Anitha dan Pandya (2014). Jumlah massa hasil perhitungan oleh *software* dijadikan dasar dalam perhitungan persentase kadar kalsium, fosfor, karbon, dan oksida.

Analisis derajat kristalinitas

Analisis kristalinitas tepung CaO dilakukan dengan metode kuantitatif menggunakan instrumen *X-ray Diffraction* tipe *Rigaku Smartlab*. Perhitungan kristalinitas dilakukan dengan rumus yang digunakan oleh Landi, Tampieri, Celotti, dan Spiro (2000) dalam hasil penelitian Purwasasmita dan Gultom (2008) sebagai berikut:

$$\% \text{ Kristalinitas} = 1 - [(V_{110-I300})/I_{300}] \times 100\%$$

dimana:

V_{110-I300} = puncak terendah antara puncak hasil difraksi 112 dan 300

I₃₀₀ = intensitas puncak yang dihasilkan V₃₀₀

Analisis statistik

Penelitian ini menggunakan rancangan percobaan dengan 4 perlakuan dan 2 ulangan proses. Untuk melihat pengaruh perlakuan terhadap rendemen, serta jumlah kadar kalsium, fosfor, karbon, dan oksida, dilakukan *analysis of varian* (ANOVA) *oneway* menggunakan aplikasi SPSS seri 23 (SPSS Inc., Chicago, Ill, USA). Selanjutnya, terhadap parameter perlakuan yang berbeda nyata dilakukan uji lanjut Tukey.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kandungan Proksimat Cangkang Rajungan

Hasil pengujian proksimat cangkang rajungan menunjukkan kadar air 7,36±0,001%; abu 63,12±0,004%; lemak 1,28±0,004%, dan protein 13,18±0,01%. Kadar abu cangkang rajungan pada penelitian ini menunjukkan prosentase yang paling besar diantara parameter proksimat lainnya. Hal ini selaras dengan hasil penelitian Lubena, Naidir, Andrian, dan Sandi, (2020) yang menyatakan bahwa cangkang rajungan mengandung abu 44,03%, protein 29,91%, dan air 0,45%. Tingginya kadar abu pada cangkang rajungan menandakan kandungan mineral yang tinggi.

Menurut Kusumaningrum, Sutono, dan Pamungkas (2016) semakin besar kadar abu pada tulang ikan dibandingkan kadar proteinnya, maka tulang tersebut semakin keras dan memiliki

kandungan mineral yang tinggi. Tingginya kandungan mineral pada cangkang rajungan mengindikasikan bahwa bahan alam ini berpotensi sebagai tepung kalsium oksida (CaO). Kalsium dari cangkang rajungan ini berpotensi sebagai bubuk hidroksiapatit dengan menambahkan prekursor fosfor. Hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit yang terdiri atas prekursor kalsium dan fosfor (Ngapa, 2018).

Kenampakan Tepung CaO Cangkang Rajungan

Proses kalsinasi dengan suhu dan waktu berbeda menghasilkan kenampakan tepung CaO yang berbeda (Gambar 1). Tepung CaO dari perlakuan suhu 700°C selama 4 jam memiliki kenampakan yang belum seragam, yaitu berwarna putih kehitaman. Selain itu, tekstur tepung CaO masih kasar dan belum sepenuhnya menjadi abu, sedangkan perlakuan suhu 700°C selama 5 jam menghasilkan kenampakan tepung CaO hampir seluruhnya putih, tetapi masih ada cangkang yang berwarna kehitaman. Tepung CaO

pada perlakuan suhu 800°C selama 4 jam telah menjadi putih sedikit kemerahan. Selanjutnya, pada saat dikalsinasi 5 jam, tekstur tepung CaO sudah sangat halus dan mulai menunjukkan warna putih seragam.

Menurut Rosalina, Pascawinata, dan Roesnoer (2017), warna tepung CaO setelah kalsinasi yang berwarna hitam menandakan dekomposisi matriks organik seperti protein dan kolagen tidak sempurna. Sementara itu, warna putih CaO menandakan sebaliknya, yaitu dekomposisi matriks organik yang sempurna (Rosalina et al., 2017). Berdasarkan morfologi hasil kalsinasi tepung CaO, maka perlakuan 800°C selama 5 jam merupakan kondisi kalsinasi optimum yang menghasilkan tepung CaO dengan warna putih dan tekstur halus.

Rendemen Tepung CaO

Secara umum, perlakuan kalsinasi berpengaruh terhadap rendemen tepung CaO (Tabel 1). Hasil analisis lanjutan uji Tukey menunjukkan perlakuan



Gambar 1. Tepung CaO hasil kalsinasi tepung cangkang rajungan pada berbagai perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; a. Perlakuan kalsinasi 700 °C selama 4 jam, b. 700 °C selama 5 jam, c. 800 °C selama 4 jam, d. 800 °C selama 5 jam

Figure 1. CaO powder from calcination of crab shell powder with temperature and time variation; a. calcination treatments of 700 °C for 4 hours, b. 700 °C for 5 hours, c. 800 °C for 4 hours, d. 800 °C for 5 hours

Tabel 1. Rendemen tepung CaO cangkang rajungan
Table 1. Yield of crab shell CaO powder

Kalsinasi/Calcination		Rendemen/Yield (%)
Waktu/Time (Jam/Hours)	Suhu/Temperature (°C)	
4	700	62.10 ± 0.71 ^a
5	700	60.07 ± 0.06 ^b
4	800	43.38 ± 0.14 ^c
5	800	41.68 ± 0.02 ^c

Keterangan/Note: n = 8 (n per proses = 2/n per process = 2)

Notasi yang berbeda menunjukkan perbedaan yang signifikan terhadap perlakuan/Different superscripts label denotes significant difference across treatments

antara suhu 700°C selama 4 jam dan 5 jam menghasilkan rata-rata rendemen berbeda nyata dengan perlakuan lainnya ($p < 0,05$). Akan tetapi, antara perlakuan suhu 800°C selama 4 jam dengan 5 jam menghasilkan rendemen tidak berbeda nyata ($p > 0,05$).

Kalsinasi pada suhu 700°C selama 4 jam menghasilkan rendemen yang paling tinggi dibanding dengan perlakuan lainnya, sementara kalsinasi pada suhu 800°C selama 5 jam menghasilkan rendemen terendah. Rendahnya rendemen pada suhu 800°C terjadi karena semakin banyak karbon yang hilang dalam proses dekomposisi CO₂. Semakin sedikit kandungan karbon dan komponen lain setelah proses kalsinasi, tepung CaO yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang semakin tinggi (Handayani et al., 2020).

Karakteristik Gugus Fungsi Tepung CaO Cangkang Rajungan

Hasil analisis gugus fungsi pada Gambar 2 menunjukkan bahwa semua tepung CaO hasil perlakuan suhu dan waktu kalsinasi terdeteksi adanya gugus fosfor (PO₄³⁻). Hal ini ditandai dengan adanya gugus fungsi fosfor pada bilangan gelombang 1000-1100 cm⁻¹ (Riyanto & Maddu, 2014). Pada perlakuan suhu 700°C selama 4 jam terdeteksi adanya gugus PO₄³⁻ sebanyak tujuh lengkungan tajam pada gelombang 1089,15 dan 1048,30 cm⁻¹. Selanjutnya, pada perlakuan 700°C selama 5 jam masih terdapat tujuh lengkungan tajam, tetapi terjadi peningkatan pada gelombang PO₄³⁻ 1089,85 dan 1049,25 cm⁻¹. Pada perlakuan 800°C, lengkungan tajam gugus PO₄³⁻ berkurang menjadi empat. Berkurangnya lengkungan tajam menandakan bahwa kandungan fosfor pada tepung CaO berkurang. Keberadaan gugus fosfor menandakan bahwa tepung CaO dapat dijadikan bahan baku hidroksiapatit (Supangat & Cahyaningrum, 2017).

Berdasarkan profil gugus fungsi terlihat bahwa tepung hasil kalsinasi masih mengandung karbonat (CO₃²⁻). Hal ini ditandai dengan munculnya gugus karbonat pada bilangan gelombang 1400-1500 cm⁻¹ (Hanura, Trilaksani, & Suptijah, 2017). Gugus CO₃²⁻ pada perlakuan 700°C selama 4 jam terdeteksi pada 1423,58 cm⁻¹, dan 5 jam pada 1455,97 cm⁻¹. Sedangkan pada perlakuan suhu 800°C selama 4 jam, gugus CO₃²⁻ muncul pada 1456,55 cm⁻¹, dan yang 5 jam pada 1467,93 cm⁻¹. Munculnya gugus fungsi CO₃²⁻ pada tepung CaO dapat disebabkan adanya karbon dioksida dari udara bebas saat pengangkatan tepung CaO dari furnace ke desikator. Selain itu, pengerjaan di ruang terbuka dapat menyebabkan karbon dioksida

masuk ke dalam tepung CaO (Kurniawan, Hartini, & Cahyanti, 2019).

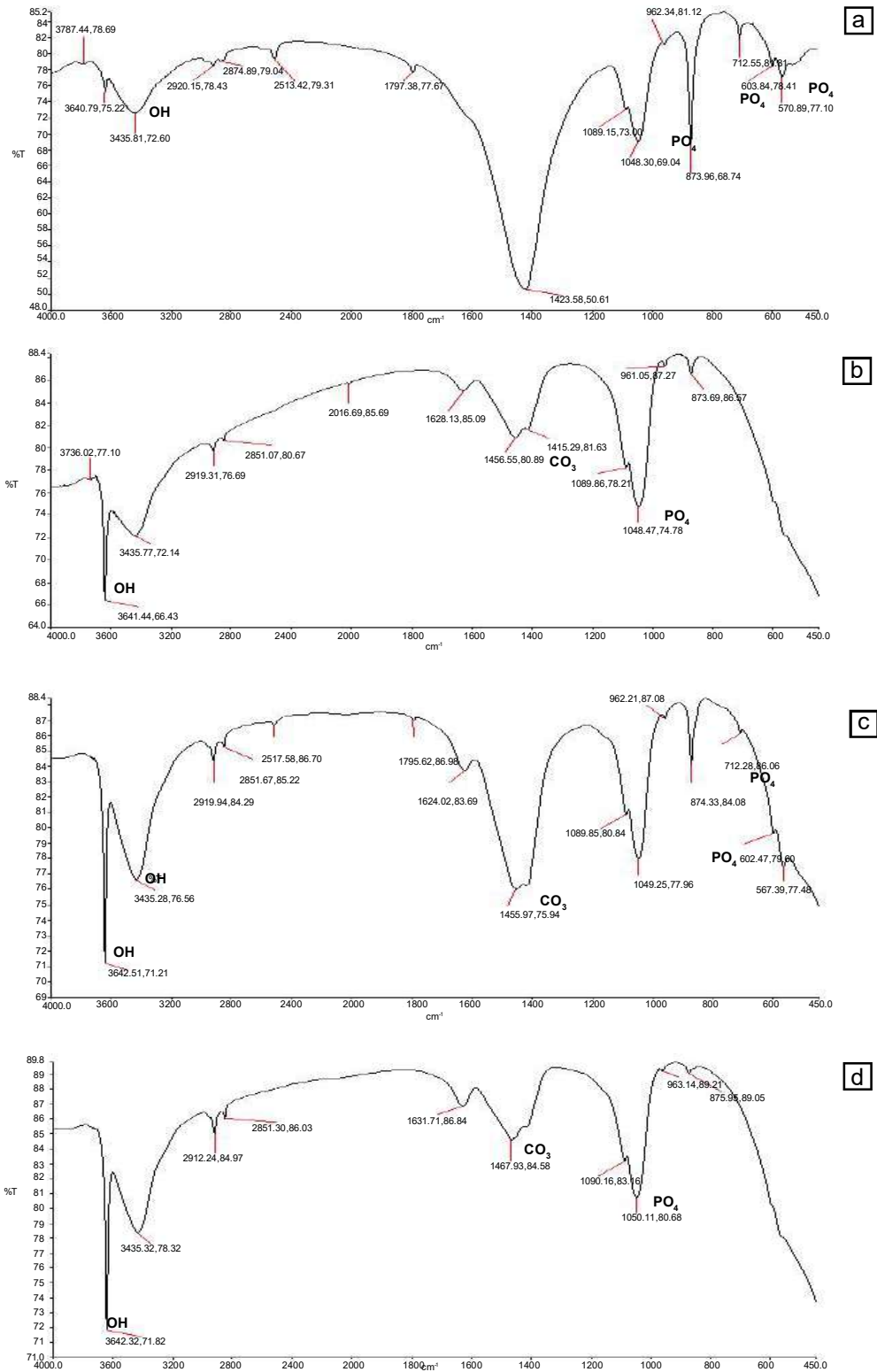
Hasil analisis gugus fungsi menunjukkan masih terdapat hidroksil (OH⁻). Hal ini terlihat pada hasil perlakuan kalsinasi pada suhu 700°C selama 4 jam yang muncul pada 3746,02; 3641,44 dan 3435,77 cm⁻¹. Sedangkan pada perlakuan 5 jam, gugus OH⁻ terlihat pada 3642,32 dan 2919,24 cm⁻¹. Untuk perlakuan kalsinasi cangkang rajungan pada suhu 800°C selama 4 jam, gelombang OH⁻ berada pada sekitar 3642,51 dan 3435,28 cm⁻¹. Sedangkan pada waktu 5 jam gugus OH⁻, muncul pada 3787,44 dan 3640,79 cm⁻¹. Pada perlakuan 800°C selama 5 jam, terlihat lengkungan tajam pada gelombang 3640,79 cm⁻¹. Hal ini menandakan bahwa pemanasan kurang sempurna dalam pelepasan H₂O. Dekomposisi H₂O berjalan dengan baik ditandai dengan hilangnya lengkungan tajam pada gelombang 4000-3000 cm⁻¹ (Sunardi, Irawati, & Wianto, 2011). Masih adanya gugus OH⁻ pada tepung CaO hasil penelitian ini kemungkinan juga dapat disebabkan penyimpanan tepung CaO yang terlalu lama di dalam furnace selama 5 jam setelah proses kalsinasi selesai.

Morfologi Tepung CaO

Hasil analisis morfologi tepung CaO menunjukkan bahwa cangkang rajungan yang telah dikalsinasi membentuk aglomerasi atau gumpalan (Gambar 3). Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Ichsan, Helwani, dan Zultinier (2015) yang menyatakan bahwa setelah proses kalsinasi, morfologi tepung CaO berbentuk gumpalan. Terdapat kesamaan antara Gambar 3a sampai 3c, tepung kalsium berbentuk gumpalan datar berpori serta masih terdapat granula yang tidak seragam dan kasar. Hal berbeda terlihat dari tepung CaO pada Gambar 3D, yaitu bentuk partikelnya halus dan tidak kasar. Halusnya partikel pada perlakuan suhu 800°C selama 5 jam dapat disebabkan tingginya suhu kalsinasi. Semakin tinggi suhu pemanasan, dapat menyebabkan pengecilan hingga penutupan pori-pori tepung, serta hilangnya batas-batas dari granula tersebut (Kurniawan, Nizar, Rijal, Bagus, & Setyarsih, 2014). Morfologi tepung CaO yang halus lebih aman untuk diaplikasikan pada manusia. Morfologi CaO yang kasar/tajam dapat menyebabkan peradangan hingga melukai jaringan pada tubuh sehingga berpotensi menyebabkan bahaya (Dorozhkin, 2010).

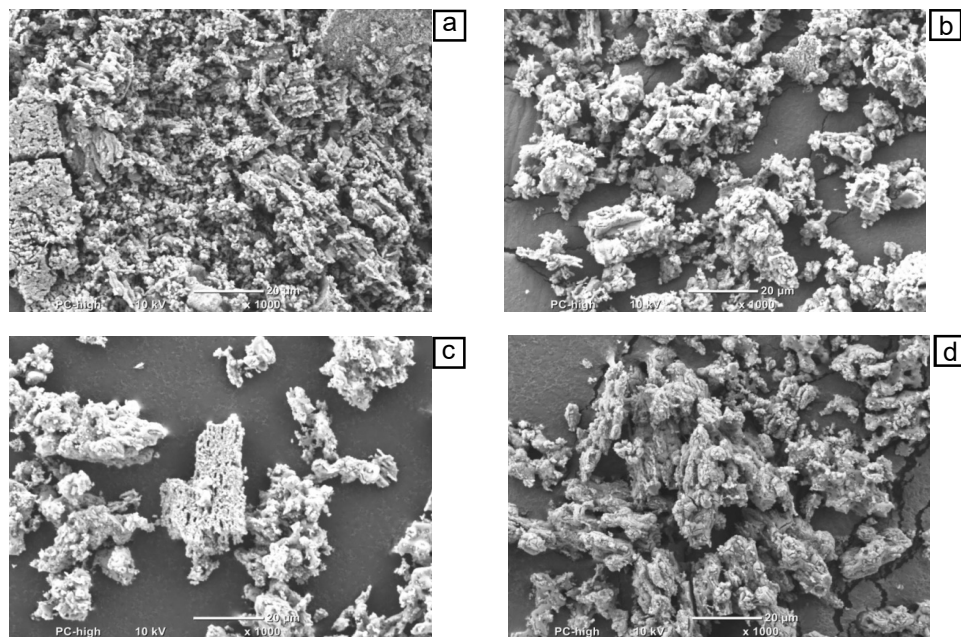
Persentase Jumlah Massa Kalsium (Ca), Fosfor(P), dan Oksigen(O), dan Karbon (C) Tepung CaO Cangkang Rajungan

Hasil analisis persentase jumlah massa kalsium, fosfor, oksigen, dan karbon tepung CaO dengan



Gambar 2. Hasil analisis gugus fungsi tepung CaO cangkang rajungan pada berbagai perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; a. Perlakuan kalsinasi 700°C selama 4 jam, b. 700°C selama 5 jam, c. 800°C selama 4 jam, d. 800°C selama 5 jam.

Figure 2. Results of functional groups analysis of CaO powder from crab shells with temperature and time variation; a. calcination treatments of 700°C for 4 hours, b. 700°C for 5 hours, c. 800°C for 4 hours, d. 800°C for 5 hours.



Gambar 3. Hasil analisis morfologi tepung CaO pada perlakuan suhu dan waktu kalsinasi; a. Perlakuan kalsinasi 700°C selama 4 jam, b. 700°C selama 5 jam, c. 800°C selama 4 jam, d. 800°C selama 5 jam.

Figure 3. Morphological analysis results of CaO powder with temperature and time variation; a. calcination treatments of 700°C for 4 hours, b. 700°C for 5 hours, c. 800°C for 4 hours, d. 800°C for 5 hours.

instrumen SEM dapat dilihat pada Tabel 2. Hasil analisa statistik menunjukkan suhu dan waktu kalsinasi berpengaruh nyata pada jumlah massa kalsium tepung CaO ($p < 0,05$). Akan tetapi, pada uji lanjut Tukey menunjukkan bahwa jumlah massa kalsium tepung CaO pada perlakuan waktu pada suhu yang sama tidak berbeda nyata. Jumlah massa kalsium tepung CaO terkecil terdapat pada perlakuan 700°C

selama 4 jam, sedangkan yang terbesar terdapat pada perlakuan 800°C selama 5 jam. Sebaliknya perlakuan suhu dan waktu kalsinasi tidak berpengaruh pada jumlah massa fosfor dan oksigen tepung CaO. Perlakuan 800°C selama 4 jam menghasilkan tepung dengan fosfor terkecil, sedangkan perlakuan 700°C selama 5 jam menghasilkan fosfor tepung terbesar. Selanjutnya, jumlah massa oksigen tepung CaO

Tabel 2 Persentase kandungan Ca, P, O, dan C pada tepung CaO

Table 2. Percentage of Ca, P, O, and C of CaO powder

Kalsinasi/Calcination		Kandungan Unsur/Element Content (%)			
Waktu/Time (Jam/Hours)	Suhu/Temperature (°C)	Kalsium/Calcium	Fosfor/Phosphor	Oksida/Oxide	Karbon/Carbon
4	700	78.61 ± 2.65 ^a	3.84 ± 1.81 ^a	8.79 ± 2.85 ^a	8.76 ± 1.59 ^a
5	700	80.36 ± 1.31 ^a	5.12 ± 2.04 ^a	6.60 ± 0.52 ^a	4.33 ± 0.19 ^b
4	800	89.88 ± 0.22 ^b	2.40 ± 0.23 ^a	4.21 ± 0.58 ^a	3.51 ± 0.18 ^b
5	800	91.96 ± 2.93 ^b	5.09 ± 1.57 ^a	2.63 ± 0.73 ^a	3.14 ± 0.86 ^b

Keterangan/Notes:

Notasi yang berbeda menunjukkan perbedaan yang signifikan terhadap perlakuan/Different superscripts label denotes significant difference across treatments.

terkecil terdapat pada perlakuan 800°C selama 5 jam, sedangkan perlakuan 700°C selama 4 jam menghasilkan jumlah oksigen tepung terbesar.

Jumlah massa karbon tepung CaO dipengaruhi oleh perlakuan kalsinasi ($p < 0,05$). Hasil uji lanjut menunjukkan perlakuan suhu 700°C selama 4 jam dengan perlakuan lainnya menghasilkan jumlah massa karbon yang berbeda nyata ($p < 0,05$), sedangkan antara perlakuan suhu 700°C selama 5 jam dengan 800°C selama 4 jam dan 5 jam menunjukkan jumlah massa karbon yang tidak berbeda nyata ($p > 0,05$). Jumlah karbon terbesar terdapat pada perlakuan 700°C selama 4 jam, sedangkan yang paling kecil pada perlakuan 800°C selama 5 jam. Berkurangnya jumlah massa karbon hasil kalsinasi menandakan pembakaran berjalan sempurna, dalam hal ini mendekomposisi kandungan karbon pada cangkang rajungan. Secara umum, kalsinasi merupakan proses pembakaran untuk mendekomposisi zat yang mudah terbakar, seperti karbon (Setiawan, 2016).

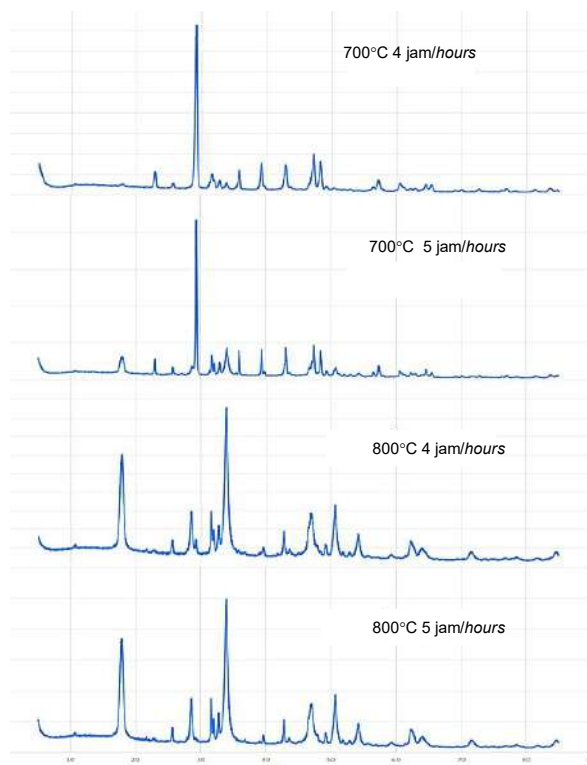
Berdasarkan hasil analisis EDS dapat disimpulkan bahwa perlakuan terbaik adalah kalsinasi pada suhu 800°C dengan waktu 5 jam, karena menghasilkan kadar kalsium yang terbesar. Tepung CaO ini kemudian dapat diolah lebih lanjut menjadi bubuk hidroksiapatit

dengan dicampur prekursor fosfor. Fosfor jenis H_3PO_4 berfungsi untuk menambahkan kadar fosfor pada reaksi sintesis hidroksiapatit (Puspita & Cahyaningrum, 2017).

Persentase Derajat Kristalinitas Tepung CaO Cangkang Rajungan

Hasil analisa kualitatif derajat kristalinitas terdapat pada Gambar 4. Hasil XRD menunjukkan pola difraksi kristalinitas masih terdapat puncak yang melebar atau belum tajam. Hal tersebut menandakan tepung CaO yang diperoleh belum sempurna menjadi hidroksiapatit sehingga masih harus dilakukan pemanasan lanjutan. Selain itu, puncak yang melebar juga menandakan masih terdapat kontaminan lain pada saat proses kalsinasi. Tepung CaO dilaporkan memiliki gelombang kristalisasi yang lebar, dengan pemanasan lanjutan dapat diperoleh hidroksiapatit yang memiliki gelombang kristalinitas tajam (Negara & Simpen, 2018).

Berdasarkan Tabel 3, derajat kristalinitas tepung CaO terendah terdapat pada perlakuan suhu 700°C selama 4 jam dengan nilai 64%, sedangkan yang tertinggi ditunjukkan pada perlakuan suhu 800°C selama 5 jam, yaitu 75%. Tepung CaO hasil perlakuan suhu 800°C selama 4 dan 5 jam dapat dikategorikan



Gambar 4. Hasil analisis kualitatif XRD tepung CaO
 Figure 4. Qualitative XRD analysis of CaO powders

Tabel 3. Rata-rata derajat kristalinitas tepung CaO cangkang rajungan
 Table 3. Crystallinity degree of crab shell CaO powder

Kalsinasi/Calcination		Derajat Kristalinitas/ Degree of Crystallinity (%)
Waktu/Time (Jam/Hours)	Suhu/Temperature (°C)	
4	700	64.05
5	700	70.16
4	800	71.67
5	800	75.71

sebagai material bahan hidroksiapatit karena menghasilkan derajat kristalinitas di atas 70% (Rana, Akhtar, Rahman, Jamil, & Asaduzzaman, 2017). Walaupun demikian, hasil kedua perlakuan tersebut perlu memperhatikan hasil analisa yang lainnya seperti morfologi, gugus fungsi, dan rendemennya.

KESIMPULAN

Tepung CaO terbaik dihasilkan dari kalsinasi pada suhu 800°C selama 5 jam dengan karakteristik morfologi penampakan yang halus, berkurangnya granula yang tidak seragam, pori yang lebih kecil, kadar kalsium 91,96±5,07%, serta presentase derajat kristalinitas sebesar 75%. Disarankan untuk dilakukan penelitian lanjutan untuk menaikkan suhu di atas 800°C, sehingga diperoleh morfologi tepung CaO yang lebih halus, derajat kristalinitas, dan jumlah massa kalsium yang lebih tinggi sebagai prekursor hidroksiapatit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai oleh DIPA BBRP2BKP Tahun 2020. Dalam penyusunan makalah ini, Fera Roswita Dewi dan Bagus Hadiwinata bertindak sebagai kontributor utama.

DAFTAR PUSTAKA

Anitha, P., & Pandya, H. M. (2014). Synthesis, characterization and antimicrobial Activity of nano hydroxyapatite via sol-gel method. *Journal of Nanotechnology Research and Practice*, 3(3), 120-125.

Badan Standardisasi Nasional (BSN). (2006a). *Pengujian Kadar Air pada Produk Perikanan*. SNI No. 01-2354.2.2006. Badan Standardisasi Nasional

Badan Standardisasi Nasional (BSN). (2006b). *Pengujian Kadar Lemak pada Produk Perikanan*. SNI No. 01-2354.3.2006. Badan Standardisasi Nasional.

Badan Standardisasi Nasional (BSN). (2006c). *Pengujian Kadar Protein pada Produk Perikanan*. SNI No. 01-2354.4.2006. Badan Standardisasi Nasional.

Badan Standardisasi Nasional (BSN). (2010). *Pengujian Kadar Abu pada Produk Perikanan*. SNI No. 01-2354.1-2010. Badan Standardisasi Nasional.

Bose, S., Tarafder, S., Edgington, J., & Bandyopadhyay, A. (2011). Calcium phosphate ceramics in drug delivery. *Biomaterials for Regenerative Medicine*, 63(4), 93-98. doi: 0.1007/s11837-011-0065-7

Dorozhkin, S. V. (2010). Bioceramics of Calcium Orthophosphates. *Biomaterials*, 31(7), 1465-85. doi:10.1016/j.biomaterials.2009.11.050.

Handayani, L., Zuhrayani, R., Putri, N., & Nanda, R. (2020). Pengaruh suhu kalsinasi terhadap nilai rendemen CaO. *Jurnal Tilapia*, 1(1), 1-6. doi: 10.30601/tilapia.v1i1.1007

Hanura, A. B., Trilaksani, W., & Suptijah, P. (2017). Karakterisasi nanohidroksiapatit tulang tuna *Thunnus sp.* sebagai sediaan biomaterial. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, 9(2), 619-30. doi: 10.29244/jitkt.v9i2.19296

Harahap, A. W., & Helwani, Z. (2015). Sintesis hidroksiapatit melalui precipitated calcium carbonate (PC) cangkang kerang darah dengan metode hidrotermal pada variasi pH dan waktu reaksi. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*, 2(2), 1-8.

Henggu, K. U., Ibrahim, B., & Suptijah, P. (2019). Hidroksiapatit dari cangkang sotong sebagai sediaan biomaterial perancah tulang. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 22(1), 1-13. doi: 10.17844/jphpi.v22i1.25869

Ichsan, R. H. N. A., Helwani, Z., & Zultinjar. (2015). Sintesis hidroksiapatit melalui precipitated calcium carbonate (PCC) dari cangkang kerang darah dengan metode hidrotermal pada variasi waktu reaksi dan rasio Ca/P. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*, 2(2), 1-9.

Kantharia, N., Naik, S., Apte, S., Kheur, M., Kheur, S., & Kale, B., (2014). Nano-Hydroxyapatite and its contemporary applications. *Journal of Dental Research and Scientific Development*, 1(1), 15. doi: 10.4103/2348-3407.126135

- Khoirudin, M., Yelmida, & Zultiniar. (2015). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari kulit kerang darah (*Anadara granosa*) dengan proses hidrotermal. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik*, 2(2), 1-8.
- Kolmas, J., Krukowski, S., Laskus, A., & Jurkitewicz, M. (2016). Synthetic hydroxyapatite in pharmaceutical applications. *Ceramics International*, 42(2), 2472-87. doi:10.1016/j.ceramint.2015.10.048.
- Kurniawan, A., Nizar, M., Rijal, M., Bagas, R., & Setyarsih, W. (2014). Studi pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap kekerasan bentuk morfologi, dan analisis porositas nanokomposit CaO/SiO₂ untuk aplikasi bahan biomaterial. *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*, 4(2), 22. doi: 10.26740/jpfa.v4n2.p22-26
- Kurniawan, A. M., Hartini, S., & Cahyanti, M. N. (2019). Pengaruh konsentrasi fosfat terhadap Perbandingan Ca/P hidroksiapatit dari limbah gipsum industri keramik. *EKSAKTA*, 19(1), 46-56.
- Kusumaningrum, I., Sutono, D., & Pamungkas, B. F. (2016). Pemanfaatan tulang ikan belida sebagai tepung sumber kalsium dengan metode alkali. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 19(2), 148-155. doi: 10.17844/jphpi.2016.19.2.148
- Landi, E., Tampieri, A., Celotti, G. & Spiro, S. (2000). Densification behaviour and mechanisms of synthetic hydroxyapatite. *Journal of European Ceramics Society*.
- Lubena, L., Naidir, F., Andrian, B., & Sandi, A. D. (2020). Penurunan Turbidity, PH, Kadar Fe Menggunakan Biokoagulan Kitosan Dari Cangkang Rajungan (*Portunus pelagicus*). *Jurnal Konversi*, 9(1), 7-16. doi:10.24853/konversi.9.1.10
- Negara, I. M. S., & Simpen, I. M. (2018). Karakteristik hidroksiapatit hasil ekstraksi termal dari tulang limbah dan aplikasinya untuk adsorpsi ion selektif biru metilen. *Cakra Kimia*, 6(2), 123-30.
- Ngapa, Y. D. (2018). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit (HAp) dari limbah dengan metode basah presipitasi. *Jurnal Dinamika Sains*, 2(1), 67-72.
- Purwasmita, B., & Gultom, R. S. (2008). Sintesis dan karakterisasi serbuk hidroksiapatit skala sub mikron menggunakan metode presipitasi. *Jurnal Bionatura*, 10(2), 155-67.
- Puspita, F. W., & Cahyaningrum, S. E. (2017). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari cangkang telur ayam ras (*Gallus gallus*) menggunakan metode pengendapan basah. *UNESA Journal of Chemistry*, 6(2), 100-106.
- Rana, M., Akhtar, M., Rahman, S., Jamil, H. M., & Asaduzzaman, S. (2017). Extraction of hydroxyapatite from bovine and human cortical bone by thermal decomposition and effect of gamma radiation: a comparative study. *International Journal of Complementary & Alternative Medicine*, 8(3). doi: 10.15406/ijcam.2017.08.00263
- Raya, I., Mayasari, E., Yahya, A., Syahrul, M., & Latunra, A. I. (2015). Synthesis and characterizations of calcium hydroxyapatite derived from crabs shells (*Portunus pelagicus*) and its potency in safeguard against to dental demineralizations. *International Journal of Biomaterials*, 2015. doi: 10.1155/2015/469176
- Riyanto, B., & Maddu, A. 2014. Material of Hydroxyapatite-Based Bioceramics from Tuna Fishbone. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 16(2). 119-32.
- Rizkayanti, Y., & Yusuf, Y. (2019). Optimization of the temperature synthesis of hydroxyapatite from Indonesian crab shells, *International Journal of Nanoelectronics and Materials*, 12(1), 85-92.
- Rosalina, W, Pascawinata, A., & Roesnoer, M. (2017). Karakteristik scaffold hidroksiapatit dari gigi manusia menggunakan uji X-Ray Diffraction (XRD). *Jurnal B-Dent.*, 4(2),133-40.
- Setiawan, M. A. (2016). Studi Variasi Ukuran Butir Proses Desulfurisasi Kokas Petroleum Yang Terkalsinasi. *Tugas Akhir*. Program Studi Teknik Material dan Metalurgi: Institut Teknologi Sepuluh November
- Suharto, S., Romadhon, & Redjeki, S. (2016). Analisis Susut Bobot Pengukusan Dan Rendaman Pengupasan Rajungan Berukuran Berbeda Dan rajungan bertelur. *Fisheries Science and Technology (IJFST)*, 12(1), 47-51. doi: 10.14710/ijfst.12.1.47-51
- Sunardi, Irawati, U., & Wianto, T. (2011). Karakterisasi kaolin lokal Kalimantan Selatan hasil kalsinasi. *Jurnal Fisika FLUX*, 8, 59-65.
- Supangat, D., & Cahyaningrum, S. E. (2017). Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari cangkang kepiting (*Scylla serrata*) dengan metode pengendapan basah. *UNESA Journal of Chemistry*, 6(3),143-49.
- Warastuti, Y., & Abbas, B. (2011). Sintesis dan karakterisasi pasta injectable bone substitute Iradiasi berbasis hidroksiapatit. *A Scientific Journal for The Applications of sotopes and Radiation*, 7(2), 73-82.
- Yang, Y., Wu, Q., Wang, M., Long, J., Mao, Z., & Chen, X. (2014). Hydrothermal synthesis of hydroxyapatite with different morphologies: influence of supersaturation of the reaction system. *Crystal Growth & Design*, 14(9). doi: 10.1021/cg501063j