

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 Purwasmita dan Gultom (2008) sebagai berikut:

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

dimana:

V110-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 $7,36 \pm 0,001\%$; abu $63,12 \pm 0,004\%$; lemak $1,28 \pm 0,004\%$, dan protein $13,18 \pm 0,01\%$. 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

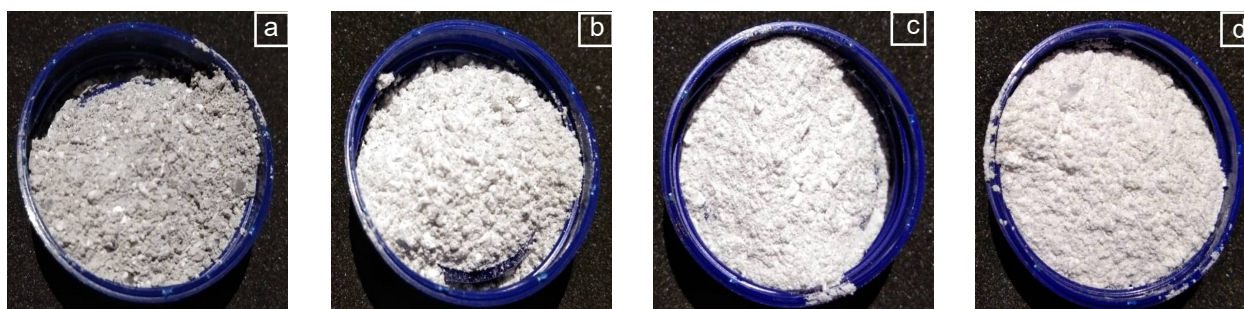
Proses kalsinasi dengan suhu dan waktu berbeda menghasilkan kenampakan tepung CaO yang berbeda (Gambar 1). Tepung CaO dari perlakuan suhu 700°C selama 4 jam memiliki kenampakan yang belum seragam, yaitu berwarna putih kehitaman. Selain itu, tekstur tepung CaO masih kasar dan belum sepenuhnya menjadi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

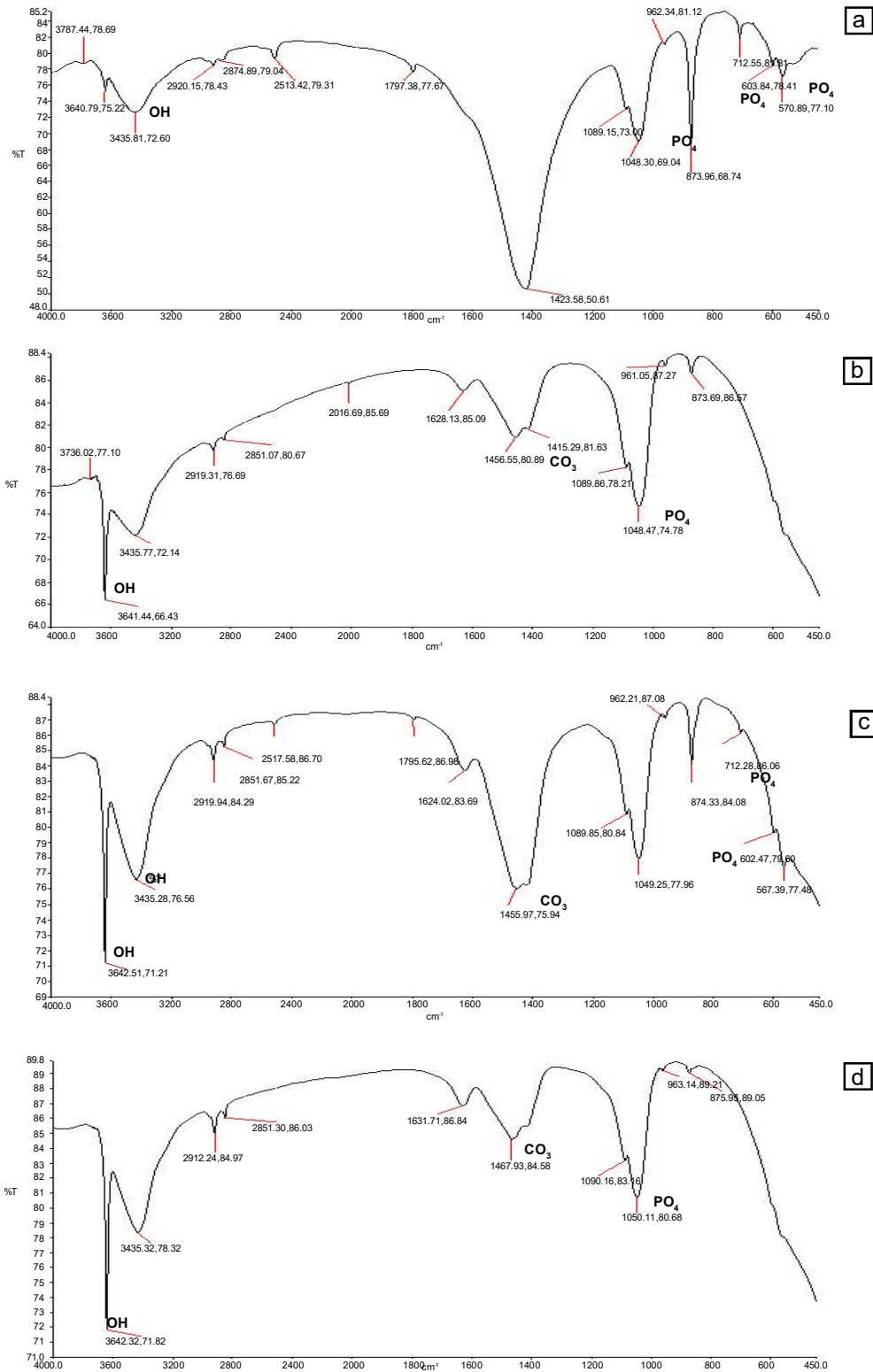
Hasil analisis gugus fungsi menunjukkan masih terdapat hidroksil (OH⁻). Hal ini terlihat pada hasil perlakuan kalsinasi pada suhu 700°C selama 4 jam yang muncul pada 3746,02; 3641,44 dan 3435,77 cm⁻¹. Sedangkan pada perlakuan 5 jam, gugus OH⁻ terlihat pada 3642,32 dan 2919,24 cm⁻¹. Untuk perlakuan kalsinasi 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 Zultiniar (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).

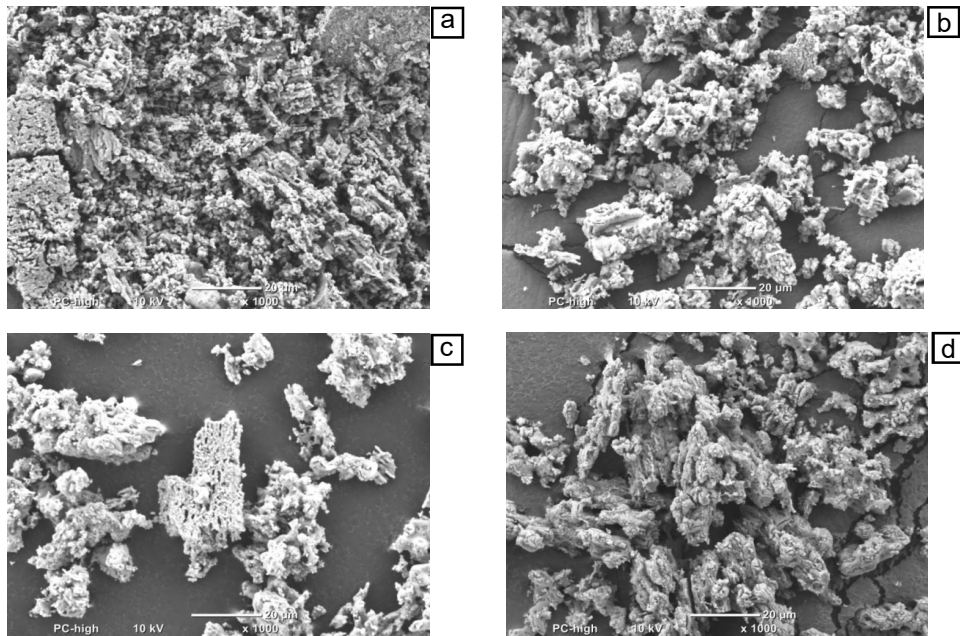
Persentase Jumlah Massa Kalsium (Ca), Fosfor(P), dan Oksigen(O), dan Karbon (C) Tepung CaO Cangkang Rajungan

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).

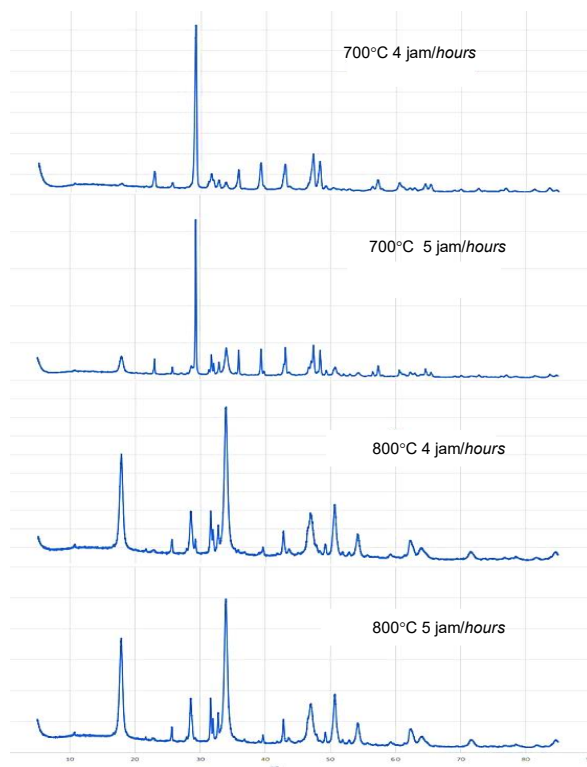
Berdasarkan hasil analisis EDS dapat disimpulkan bahwa perlakuan terbaik adalah kalsinasi pada suhu 800°C dengan waktu 5 jam, karena menghasilkan kadar kalsium yang terbesar. Tepung CaO ini kemudian dapat diolah lebih lanjut menjadi bubuk hidroksiapatit

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 gipsium 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