

## Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Ayam

Rahmawati<sup>1\*</sup>, Suwito<sup>2)</sup>, Septiani Mangiwa<sup>3)</sup>

<sup>1)2)3)</sup> *Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Cenderawasih*

\*Email : [rahma7268@gmail.com](mailto:rahma7268@gmail.com)

### ABSTRACT

Chicken egg shells contain of calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) that can be used as the source of biomaterial manufacture, such as hydroxyapatite ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ). This objective of this research are to know characterization of hydroxyapatite synthesis result and the best method to synthesize hydroxyapatite from chicken egg shells. The synthesize of hydroxyapatite was carried out by two variation methods of direct hydrothermal precipitation, i.e. without calcination and by calcination. The synthesize process was performed with ratio Ca/P of 1,67 and temperature  $130^\circ\text{C}$  for 14 hours. The hydroxyapatite synthetic was characterized by FTIR and XRD. The result showed that hydroxyapatite was successfully synthesized by using two variations direct hydrothermal precipitation methods. This was indicated by the presence of hydroxyl ( $\text{OH}^-$ ), calcium (Ca) and phosphate ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) function groups in each FTIR spectrum of the synthesized product. The FTIR spectrum was in line with the XRD diffractograms of synthetic product that showed the formation of identical main peaks with standard of hydroxyapatite diffractogram. The stucture of hydroxyapatite synthetic crystals were hexagonal. Based on the FTIR spectrum and XRD diffractogram, the best synthesize method was the direct hydrothermal prepicitation method without calcination with the additional of a 3 M  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  solution (hydrothermal method 1). This method was better than the hydrothermal method through the PCC process.

**Keywords:** Chicken egg shells, hydroxyapatite, direct hydrothermal precipitation method, FTIR, XRD.

### PENDAHULUAN

Telur merupakan lauk yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat di Indonesia, selain mempunyai gizi yang tinggi

harganya juga terjangkau. Produksi telur ayam ras di Indonesia pada tahun 2015 sebesar 1.372.829 ton per tahun. Sebesar 10 % dari telur tersebut merupakan cangkang

telur, sehingga dalam setahun di Indonesia dihasilkan 137.238 ton cangkang telur. Untuk daerah Papua, produksi telur ayam ras pada tahun 2015 mencapai 2,710 ton, artinya cangkang telur yang dihasilkan mencapai 271 ton (Direktorat Jendral Peternakan, 2016). Diketahui cangkang telur mengandung 94% senyawa kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) (Manurung, 1997). Oleh karena itu, limbah cangkang telur dapat dimanfaatkan sebagai *raw material* pada pembuatan material yang memerlukan kalsium tinggi seperti hidroksiapatit dengan rumus kimia ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ).

Hidroksiapatit (HA) merupakan salah satu senyawa anorganik penyusun jaringan keras tubuh manusia seperti tulang dan gigi. Hidroksiapatit sintetik merupakan material seperti tulang yang mempunyai sifat dapat berikatan dengan tulang secara baik (Darmawan dkk, 2008). Sifat ion kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) pada hidroksiapatit dapat mengubah ion-ion logam berat yang beracun dan menyerap unsur-unsur kimia organik dalam tubuh (Dahlan, 2013). Sifat hidroksiapatit yang biokompatibel dan dapat diterima jaringan tubuh menjadikan material ini dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biomaterial yang dapat mengobati, menambah, atau mengganti jaringan organ atau fungsi tubuh dan dapat berperan dalam bidang teknologi, misalnya digunakan sebagai implan jaringan keras,

yaitu memperbaiki tulang dan gigi (Cahyanto, 2009).

Metode sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan beberapa metode diantaranya adalah metode basah (Suryadi, 2011), presipitasi (Mobasherpour, 2007), sol gel (Jillavenkatesa, 1998), *mechanochemical* (Rhee, 2002), dan hidrotermal (Yahya dkk, 2016 ; Sitohang dkk, 2016). Metode hidrotermal merupakan metode dengan kelebihan yang lebih banyak dibandingkan metode lain yaitu prosesnya sederhana, murah, dapat dilakukan dengan temperatur yang rendah, menghasilkan bentuk dan komposisi kristal yang diinginkan, disitribusi ukuran partikel yang homogen, partikel dengan kristalinitas dan kemurnian yang tinggi (Agunstinus, 2009). Penggunaan metode hidrotermal pada sintesis hidroksiapatit dapat mengatasi kekurangan dari metode lain seperti pemakaian dalam waktu lama dan kontaminasi kimia (Sadat-Sojai dkk, 2011).

Banyak penelitian yang telah mengkaji tentang sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari cangkang telur ayam menggunakan metode hidrotermal melalui proses *precipitated calcium carbonate* (PCC). Penelitian yang dikaji Sitohang dkk (2016) melalui jalur PCC, memperoleh hasil sintesis hidroksiapatit terbaik pada rasio Ca/P 1,67, suhu reaksi  $130^\circ\text{C}$  dengan waktu reaksi 14 jam dan struktur kristal berbentuk heksagonal dengan ukuran kristal 34,118

nm memiliki kemurnian 100 %. Namun metode hidrotermal melalui proses PCC cukup panjang sehingga membutuhkan banyak waktu. Selain itu dalam proses PCC memerlukan bahan yang lebih banyak, salah satunya adalah penambahan gas CO<sub>2</sub> dalam jumlah yang cukup banyak. Di daerah Jayapura cukup sulit untuk memperoleh gas CO<sub>2</sub>, karena belum diperjualbelikan. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur ayam dengan metode yang lebih sederhana dan singkat yaitu metode hidrotermal melalui proses pengendapan langsung. Diharapkan melalui metode ini hasil sintesis hidroksiapatit sama baiknya atau bahkan lebih baik dengan metode PCC. Hidroksiapatit yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan XRD untuk mengetahui tingkat kristalinitas dari hasil sintesis hidroksiapatit cangkang telur ayam.

## METODOLOGI PENELITIAN

### *Alat dan bahan*

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas, cawan crush, *furnance*, timbangan analitik, hot plate, pH meter, ayakan 100 *mesh*, *stirrer automatic*, oven, blender, FTIR, XRD.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cangkang telur ayam, kertas saring, padatan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O, larutan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 3M, larutan HCl 6M, larutan NH<sub>4</sub>OH 8M, akuades.

### *Variabel Penelitian*

Variabel tetap pada penelitian ini adalah ukuran, waktu reaksi 14 jam, suhu reaksi 130°C, pH 11 dan rasio Ca/P= 1,67. Variabel berubah pada penelitian ini adalah metode sintesis hidroksiapatit.

### *Prosedur Kerja*

#### *Preparasi Sampel*

Cangkang telur ayam dibersihkan dengan dicuci menggunakan air terlebih dahulu kemudian dijemur satu hari. Cangkang telur ayam yang telah kering selanjutnya dihaluskan menggunakan blender dan diayak menggunakan ayakan 100 *mesh*. Serbuk cangkang telur disimpan dalam wadah tertutup dan digunakan sebagai sampel.

#### *Sintesis Hidroksiapatit*

Sebanyak 30 gram serbuk cangkang telur dilarutkan dengan larutan HCl 6 M 100 ml hingga semua serbuk cangkang telur larut. Setelah itu, ditambahkan 60 mL larutan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 3 M (rasio Ca/P = 1,67). Campuran tersebut diaduk kuat menggunakan *magnetik stirrer* selama 3

jam sambil dipanaskan pada suhu 60°C dan ditambahkan larutan NH<sub>4</sub>OH 8 M hingga pH menjadi 11. Selanjutnya campuran didiamkan selama ± 2 jam pada suhu ruangan. Larutan yang telah didiamkan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 130°C selama 14 jam. Kemudian didinginkan secara alami dan disaring. Padatan yang tertinggal pada kertas saring dicuci dengan akuades hingga pH 7. Setelah itu dikeringkan pada suhu 105°C hingga mendapatkan berat yang konstan. Metode lainnya dengan variasi serbuk cangkang telur yang dikalsinasi dan menggunakan padatan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 32,03 gram.

#### *Karakterisasi Hidroksiapatit*

Hidroksiapatit hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi tingkat kristalinitas suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul pada hidroksiapatit sintesis.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

#### *Sintesis Hidroksiapatit*

Cangkang telur ayam dikumpulkan dari limbah masyarakat wilayah Pasar Lama Sentani sebanyak kurang lebih 300 butir cangkang telur ayam yang dijadikan sebagai sampel. Limbah tersebut dicuci dan dikeringkan di tempat terbuka yang

terpapar langsung dengan sinar matahari. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan kotoran-kotoran yang melekat dan mengurangi kadar air pada cangkang telur ayam saat proses pencucian. Kemudian cangkang telur tersebut dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 *mesh* untuk mempermudah pada proses kalsinasi.

Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan dua variasi metode hidrotermal pengendapan langsung yaitu metode hidrotermal tanpa kalsinasi dan dengan kalsinasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa serbuk cangkang telur yang dikalsinasi menghasilkan warna yang berbeda dengan serbuk cangkang telur tanpa kalsinasi. Serbuk cangkang telur tanpa kalsinasi berwarna coklat sedangkan serbuk cangkang telur dengan kalsinasi berwarna putih (Gambar 3.1). Hal tersebut disebabkan karena sampel mengandung beberapa senyawa utama yaitu kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>), magnesium karbonat (MgCO<sub>3</sub>), kalsium fosfat (Ca<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) juga komponen senyawa organik lainnya (Manurung, 1997).

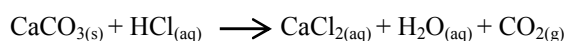


(a)

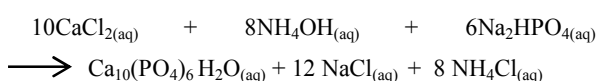
(b)

Gambar 3.1 Serbuk cangkang telur: (a) tanpa kalsinasi (b) dengan kalsinasi.

Selanjutnya sampel dilarutkan dengan HCl 6 M sedikit demi sedikit hingga sampel larut, karena pada saat HCl dicampurkan dengan sampel langsung bereaksi dengan cepat membentuk busa yang mengembang. Pada reaksi tersebut telah terjadi pelepasan gas CO<sub>2</sub> dari kalsium karbonat. Dengan reaksi sebagai berikut :



Sampel yang telah larut ditambahkan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> dengan perbandingan rasio Ca/P 1,67. Metode hidrotermal 1 menggunakan larutan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> dan metode hidrotermal 2 menggunakan padatan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>. Larutan sampel yang awalnya bening langsung terbentuk endapan berwarna putih. Kemudian pengadukan kuat, pemanasan pada suhu 60°C dan penambahan NH<sub>4</sub>OH 8 M hingga pH larutan menjadi 11 akan menghasilkan senyawa hidroksiapatit menurut reaksi berikut :

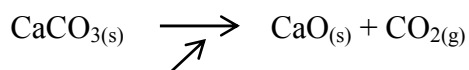


Pengadukan yang tidak cukup kuat akan menyebabkan terbentuknya fasa-fasa yang tidak diinginkan dan pengadukan yang kuat akan berpengaruh pada kontrol

pH campuran yang lebih baik dan menyebabkan interaksi yang lebih baik antar senyawa (Gomes, 2008). Kontrol terhadap pH sangatlah penting karena merupakan parameter yang sangat mempengaruhi terhadap nilai rasio Ca/P. Nilai pH harus dikontrol secara efektif, pada pH yang lebih rendah dari 7 akan terjadi pembentukan kalsium monofosfat dan kalsium terdehidrasi yang cukup mudah larut di dalam medium air (Gouveia dkk. 2006). Hal yang penting mempertahankan pH di atas 9, karena penurunan nilai pH akan menyebabkan pembentukan struktur apatit yang kekurangan kalsium (Jillavenkatesa, 1998). Menurut penelitian Wang dkk. (2010), partikel berbentuk seperti bola dengan ukuran 20-30 nm akan terbentuk pada pH 10, sedangkan kebanyakan hidroksiapatit yang disintesis pada pH 8 berbentuk seperti jarum dengan ukuran panjang 0,25 μm.

Kalsinasi dilakukan pada cangkang telur bertujuan untuk mengeliminasi komponen organik dan mengkonversi senyawa kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) menjadi kalsium oksida (CaO) yang digunakan sebagai prekursor kalsium (Ca). Pada proses kalsinasi terjadi proses dekomposisi cangkang telur, pada suhu di bawah 250°C air akan menguap kemudian seluruh komponen organik akan teroksidasi di bawah 450°C. Pada suhu 540°C terjadi dekomposisi magnesium karbonat

(MgCO<sub>3</sub>) dan kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) terurai menjadi kalsium oksida (CaO) secara sempurna terjadi pada 1000°C (Dasgupta dkk, 2004).



kalor 1000°C

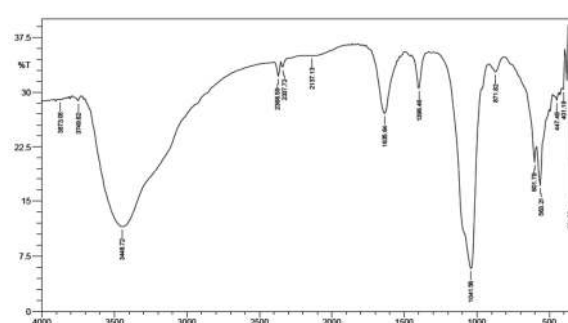
Selanjutnya pada proses penyaringan, diperoleh padatan putih tertinggal pada kertas saring dan dicuci berulang kali dengan akuades hingga pH netral, hal tersebut dilakukan untuk menghilangkan hasil sampingan yang bersifat asam. Kemudian dikeringkan pada suhu 105°C untuk menghilangkan kadar airnya dan mendapatkan berat yang konstan.



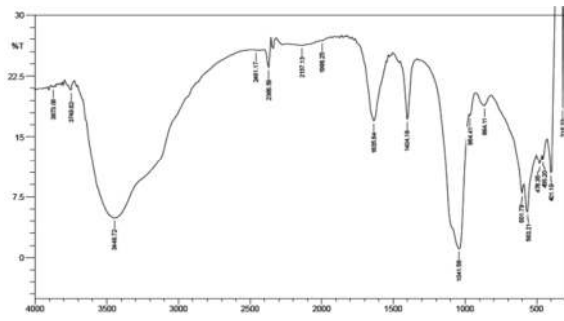
Gambar 3.2 Hasil sintesis hidroksiapatit : (a) metode hidrotermal 1, (b) metode hidrotermal 2, (c) metode hidrotermal 3 dan (d) metode hidrotermal 4.

### Karakterisasi Hidroksiapatit

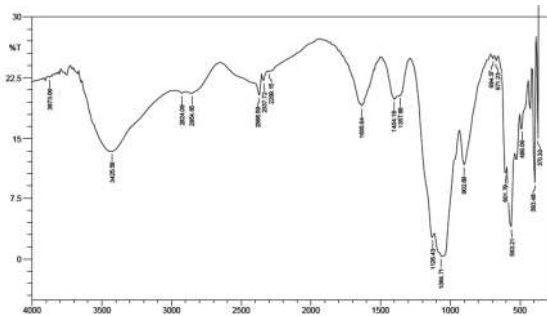
Hidroksiapatit hasil sintesis dari cangkang telur dikarekaterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR dan XRD. Spektrofotometer FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam hasil sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur yaitu OH<sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> dalam range 4000 sampai 600 cm<sup>-1</sup>. Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HA komersial yaitu gugus fosfat (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) pada bilangan gelombang 470 cm<sup>-1</sup>, 553-600 cm<sup>-1</sup>, 964 cm<sup>-1</sup> dan 1156-1000 cm<sup>-1</sup>, gugus hidroksil (OH<sup>-</sup>) pada bilangan gelombang 635 cm<sup>-1</sup> dan 3800-2600 cm<sup>-1</sup>, gugus karbonat (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) pada bilangan gelombang 1386 cm<sup>-1</sup>, 1411 cm<sup>-1</sup>, 1635 cm<sup>-1</sup>, 1997 cm<sup>-1</sup>, dan 2359 cm<sup>-1</sup>, dan gugus hidrogen fosfat (HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) pada bilangan gelombang 875 cm<sup>-1</sup> (Cimdina & Natalija, 2012).



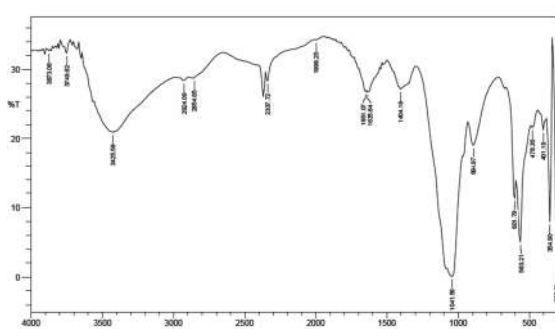
Gambar 3.1 Spektrum FTIR HA hasil sintesis metode hidrotermal 1



Gambar 3.2 Spektrum FTIR HA hasil sintesis metode hidrotermal 2



Gambar 3.3 Spektrum FTIR HA hasil sintesis metode hidrotermal 3

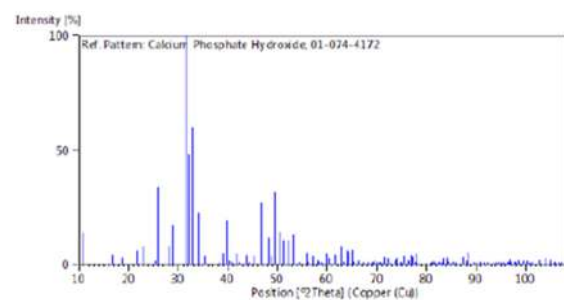


Gambar 3.4 Spektrum FTIR HA hasil sintesis metode hidrotermal 4

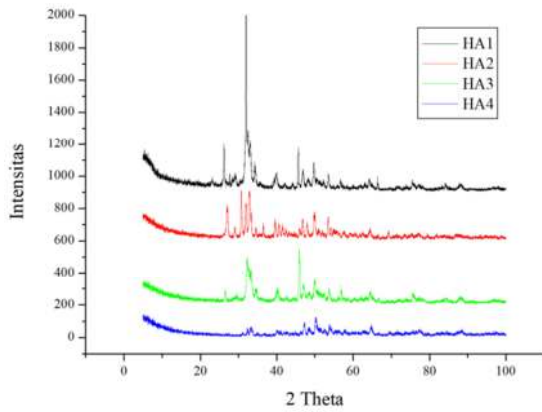
Berdasarkan identifikasi spektrum inframerah diketahui bahwa hasil sintesis dengan metode hidrotermal 1, 2, 3 dan 4, hasil sintesis diduga mengandung gugus fungsi Ca pada panjang gelombang berkisar  $401,19\text{ cm}^{-1}$  dan  $393,21\text{ cm}^{-1}$ . Gugus OH<sup>-</sup> pada bilangan gelombang berkisar  $3448,72$

$\text{cm}^{-1}$ ,  $3425,58\text{ cm}^{-1}$ , dan  $601,79\text{ cm}^{-1}$ . Gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  pada bilangan gelombang berkisar  $1126,43\text{ cm}^{-1}$ ,  $1041,56\text{ cm}^{-1}$ ,  $964,41\text{ cm}^{-1}$ ,  $871,82\text{ cm}^{-1}$ . Gugus  $\text{CO}_3^{2-}$  pada bilangan gelombang  $1998,25\text{ cm}^{-1}$ ,  $1635,64\text{ cm}^{-1}$ ,  $1404,18\text{ cm}^{-1}$  dan  $1357,89\text{ cm}^{-1}$ . Gugus-gugus tersebut merupakan gugus karakteristik senyawa hidroksiapatit.

Tingkat kristalinitas pada hasil sintesis HA dari cangkang telur ayam diketahui melalui pengukuran menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*. Difraktogram HA hasil sintesis keempat metode hidrotermal menunjukkan pola yang hampir mirip dengan pola karakteristik hasil XRD hidroksiapatit standar dari data JCPDS (*Joint Committeeon Powder Diffraction Standards* dalam Sitohang, 2016). Pola difraksi sinar-X hidroksiapatit dapat dilihat pada gambar di bawah ini.



Gambar 3.5 Difraktogram hidroksiapatit standar berdasarkan JCPDS



Gambar 3.6 Difraktogram hidroksiapatit hasil sintesis.

Keempat difraktogram hidroksiapatit (HA) hasil sintesis menunjukkan kemiripan pada difraktogram HA standar dan difraktogram HA sintesis menurut Sitohang dkk. (2016), adanya serapan dengan intensitas tertinggi pada sudut  $2\theta$  berkisar  $25,94^{\circ}$ - $27,12^{\circ}$ ,  $30,72^{\circ}$ - $32,81^{\circ}$  dan  $45,93^{\circ}$ - $49,91^{\circ}$ . Difraktogram yang paling mirip adalah difraktogram metode hidrotermal 1 dan juga metode yang lebih baik dibandingkan dengan metode PCC (Sitohang dkk, 2016).

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Hidroksiapatit berhasil disintesis dari cangkang telur ayam dengan metode hidrotermal pengendapan langsung, yang ditunjukkan dengan adanya gugus fungsi kalsium (Ca), hidroksil (OH) dan fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) yang

merupakan karakteristik hidroksiapatit dengan struktur kristal heksagonal.

2. Metode sintesis yang terbaik adalah metode hidrotermal pengendapan langsung tanpa kalsinasi dengan penambahan larutan  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  3 M (metode hidrotermal 1).

## SARAN

Perlu dilakukan penelitian lanjutan terkait ukuran struktur kristal hidroksiapatit sintesis dengan uji SEM, uji EDX untuk mengetahui nilai rasio Ca/P yang diperoleh dari HA sintesis, uji sifat mekanik (kekuatan tekan dan tarik), dan uji sifat kimia (kelarutan).

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustinus, Eko, T.S, 2009, *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis Dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas dan Kualitas Kristal*. Bandung : Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.
- Cahyanto, A. 2009. *Teknologi Material Kedokteran Gigi*. Bandung: Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Padjajaran Press.



- Dahlan, K. 2013. Potensi Kerang Rangka Sebagai Sumber Kalsium Dalam Sintesis Biomaterial Substitusi Tulang. *International Journal of Basic & Applied Sciences IJBAS-IJENS*. 12:01.
- Darmawan, D. & Warastuti, Y. 2008. Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) Sebagai Aplikasi Graft Tulang Sintetik. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop Dan Radiasi*. 4:143-153.
- Direktorat Jenderal Peternakan. 2016. *Produksi Telur Ayam Ras Petelur Menurut Provinsi 2012-2016*. Jakarta, Indonesia.
- Jillavenkatesa, A. and Condrate Sr. R. A. 1998. Sol-gel processing of hydroxyapatite. *Journal of Materials Science*. 33(16):4111-4119.
- Manurung, R. 1997. Tinjauan Umum Dental Implan. *Kedokteran Gigi, Universitas Padjajaran*. 9:28-332.
- Mobasherpur, I., Heshajin, M. S., Kazemzadeh, A., Zakeri, M. 2007. Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite by using Precipitation Method. *Journal of Alloys and Compounds*. 430(1-2):330-333.
- Rhee, S. H. 2002. Synthesis of hydroxyapatite via mechanochemical treatment. *Biomaterials*. 23(4):1147-1152.
- Sadat-Shojai, 2009. M. Preparation of Hydroxyapatite Nanoparticles: Comparison between Hydrothermal and Solvo- Treatment Processes and Colloidal Stability of Produced Nanoparticles in a Dilute Experimental Dental Adhesive. *Journal of the Iranian Chemical Society*. 6(2):386-392.
- Siti Surnarintyas, D., 2011. Karakterisasi Toksisitas Hidroksiapatit yang Disintesis dari Kalsit Terhadap Rattus Norvegicus. *Jurnal Teknosains*. 2:1-70.
- Sitohang, Fadly., Yelmida Azis., dan Zultiniar. 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam Melalui Proses Hidrotermal. *Jurnal Kimia*. 3:2.
- Suryadi. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Tesis. Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok.
- Yahya, Muhamad., Yelmida Azis., dan Zultiniar. 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam Melalui Proses Hidrotermal. *Jurnal Kimia*, Vol. 2, No.2.