

Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Cangkang Telur Ayam Melalui Proses *Sol Gel* dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi Asam Nitrat

¹Melisa Adrian, ²Yelmida A, ²Zultiniar

¹Program Studi Teknik Kimia Universitas Riau,
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

²Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

Email : melisaadrian12@gmail.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ is a compound of calcium phosphate which is a bioactive ceramic material with high bioaffinity and anorganic components main constituent of bones and teeth. Hydroxyapatite (HAp) can be used as a bone implant, adsorbents and catalysts. Hydroxyapatite synthesis can be performed by using raw materials which is rich in calcium such as egg shell. Calcium in the form of Calcium Carbonate (CaCO_3) on the chicken egg shell in this study changed to be precipitated Calcium Carbonate (PCC) through the process of carbonation. PCC from chicken egg shells used as a source of calcium in the synthesis of HAp with a sol gel method. In the synthesis of HAp, Ca and P ratio varied from reactant (Ca/P: 1.57; 1.67; and 1.77) and the concentration of HNO_3 (0.3M; 0.4M; 0.5M) at the stage of PCC dissolution. The analysis result of HAp synthesis with Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) showed that the apatite compound has been formed with the absorption of PO_4^{3-} and OH^- ion at the wave number 1,025 and 3,625 cm^{-1} . The highest transmittance obtained on the sample at the concentration of 0.4M HNO_3 with the ratio Ca/P 1.77; a concentration of 0.5M HNO_3 with the ratio of Ca/P 1.67 and a concentration of 0.3M HNO_3 with the ratio Ca/P 1.57. Based on X-ray Diffraction (XRD) analysis, the best HAp obtained in ratio of Ca/P 1.77 and concentration of HNO_3 0.4M with hexagonal crystal structure, with particle size was 46.06 nm. SEM-EDX photograph showed the morphological form of agglomerates. The mole ratio of Ca and P hydroxyapatite from PCC of egg shell was 1.55 and 8.968 m^2/g surface area.

Keywords: *Precipitated Calcium Carbonate (PCC), Chicken Egg Shell, Hydroxyapatite, Sol gel Method*

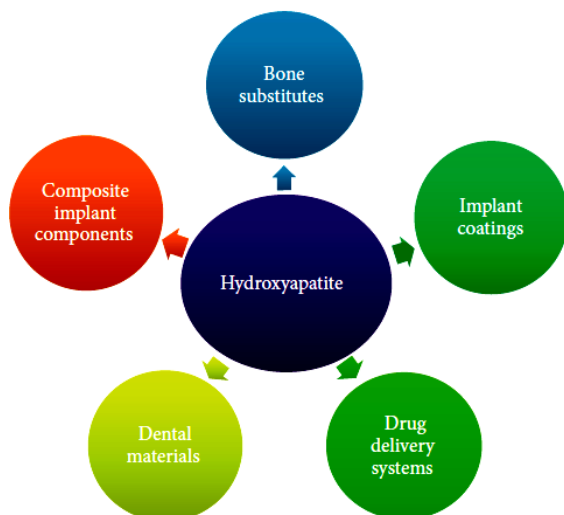
1.PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang mayoritas masyarakatnya mengkonsumsi telur sebagai sumber protein, karena harganya relatif lebih murah dibandingkan sumber protein lain seperti daging atau ikan. Akibatnya jumlah produksi telur, terutama telur ayam ras terus meningkat dari tahun ke tahun. Berdasarkan data Direktorat Jendral Peternakan (2015), produksi telur ayam ras petelur di Indonesia

pada tahun 2014 sebesar 1,244,312 ton dan terjadi peningkatan sebesar 3.65 % menjadi 1,289,716 ton pada tahun 2015. Produksi telur ayam ras di daerah Riau juga mengalami peningkatan. Peningkatan produksi telur ayam ras di Riau pada tahun 2015 mencapai 1.43 % jika dibanding produksi tahun 2014. Menurut Wu dkk (2016) untuk setiap butir telur akan menghasilkan cangkang telur sebesar 11% dari berat telur. Jadi, jika produksi telur di

Riau pada tahun 2015 sebesar 1,034 ton maka akan dihasilkan cangkang telur sebanyak 114 ton.

Selama ini, hanya sebagian kecil dari cangkang telur yang dimanfaatkan untuk kerajinan tangan dan sisanya terbuang menjadi limbah. Cangkang telur ayam ras diketahui mengandung senyawa kalsium karbonat (CaCO_3) 94% (Stadelman, 2000). Oleh karena itu, cangkang telur ayam ras dapat digunakan sebagai *raw material* pada pembuatan hidroksiapatit (HAp). Pemanfaatan cangkang telur ayam ras menjadi HAp ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) merupakan salah satu cara untuk meningkatkan nilai ekonomis cangkang telur ayam ras dan mengurangi beban lingkungan (Jasinda, 2013).



Gambar 1. Aplikasi HAp dalam biomedis
Sumber: Kolmas *et al*, 2014

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

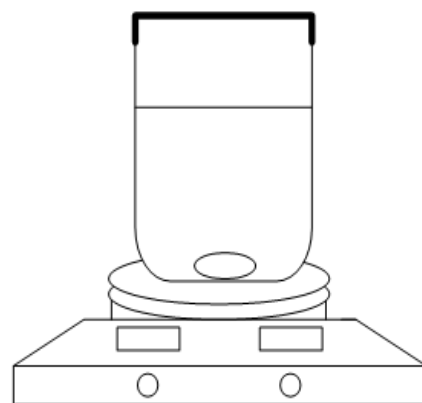
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan baku cangkang telur ayam ras sebagai sumber Ca yang didapat di daerah Pekanbaru, HNO_3 0.3 M ; 0.4 M ; 0.5 M sebagai pelarut PCC, NH_4OH 33%, gas CO_2 , kertas pH, aquades dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 99%.

2.2 Alat

Alat- alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer 2 liter, corong, kertas saring, kertas pH, gelas piala 500 ml , cawan penguap, *magnetic stirrer*, *furnace*, *oven*, ayakan 100-120 mesh, lumpang, timbangan analitik, *hot plate*.

2.3 Variabel

Variabel berubah pada penelitian ini adalah rasio Ca/P 1.57;1.67;1.77 dan konsentrasi asam nitrat 0.3M;0.4M;0.5M



Gambar 2. Rangkaian Alat Hidroksiapatit

2.4 Prosedur Penelitian

Tahap sintesis hidroksiapatit dengan metode sol gel ini dilakukan dengan mencampurkan PCC dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan waktu *aging* 24 jam dan pH 10. PCC dilarutkan di dalam HNO_3 , sementara $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dilarutkan dengan aquadest. Selanjutnya larutan PCC dan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ tadi dicampurkan dengan rasio Ca/P 1.57; 1.67; 1.77. Diaduk selama 3 jam dengan kecepatan putar pengaduk 300 rpm. Selanjutnya larutan di *aging* selama 24 jam pada suhu kamar. Setelah proses *aging*, akan terbentuk gel. Tahap berikutnya adalah pengeringan gel, dilakukan dalam oven pada suhu 80 °C selama 24 jam. Kemudian larutan di saring dan di cuci dengan *aquadest* hingga pH netral guna memisahkan hidroksiapatit

hasil sintesis dari sisa reaktan sehingga hasil yang didapat lebih murni dan dapat dikarakterisasi lebih lanjut. Endapan yang didapat dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C dan ditimbang hingga beratnya konstan. Hidroksiapatit di sintering selama 1 jam pada suhu 500 °C

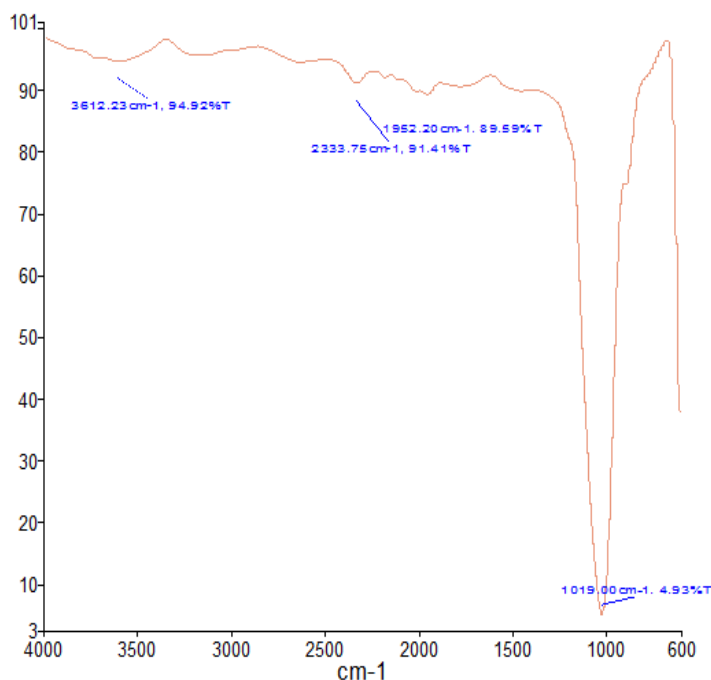
2.5 Hasil dan Pembahasan

Sintesis HAp dari PCC cangkang telur ayam melalui proses sol gel dengan variasi rasio Ca/P 1.57; 1.67; 1.77 dan konsentrasi HNO₃ yaitu 0.3M; 0.4M; 0.5M. HAp hasil sintesis dianalisa dengan beberapa karakterisasi yaitu FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa hasil sintesis, SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi senyawa, XRD untuk menentukan ukuran, dan jenis kristal serta BET untuk menganalisa luas permukaan HAp.

Pada analisis FTIR yang berfungsi mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel memperlihatkan gugus fungsi antara lain PO₄³⁻, OH⁻, dan CO₃²⁻ dalam range 4000 hingga 600 cm⁻¹. Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAp standar yaitu gugus fosfat (PO₄³⁻) pada bilangan gelombang 964 cm⁻¹ dan 1156-1000 cm⁻¹, gugus hidroksil (OH⁻) pada bilangan gelombang 635 cm⁻¹ dan 3800-2600 cm⁻¹, gugus karbonat (CO₃²⁻) pada bilangan gelombang 1386 cm⁻¹, 1417 cm⁻¹, 1635 cm⁻¹, 1997 cm⁻¹, dan 2359 cm⁻¹, dan gugus hidrogen fosfat (HPO₄²⁻) pada bilangan gelombang 875 cm⁻¹ (Cimdina, 2012).

Pada sampel HAp yang disintesis juga terdapat gugus PO₄³⁻ yang muncul pada gelombang 1019 cm⁻¹. Hal ini sesuai dengan Cimdina & Borodajenko (2012) yang menyatakan bahwa range untuk PO₄³⁻

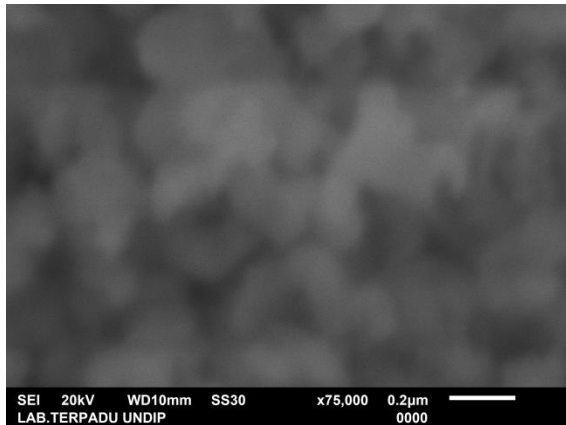
berada pada gelombang 964 cm⁻¹ dan 1156-1000 cm⁻¹.



Gambar 3. Spektrum FTIR HAp Hasil Sintesis

Untuk mengetahui jenis, ukuran dan struktur kristal senyawa apatit yang diperoleh, maka dilakukan analisis selanjutnya menggunakan difraksi sinar-X. Hasil difraktogram XRD menunjukkan serapan pada sudut 2 θ yang mirip dengan pola spektrum XRD hidroksiapatit standar dari data JCPDS 01-086-0740 (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) pada sudut 2 θ : 25.8°, 31.9°, 32.2°, 32.9°, 33.9622°, 39.7427°

Untuk mengetahui morfologi dari senyawa hidroksiapatit hasil sintesis pada dilakukan analisis lanjutan menggunakan SEM-EDX. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa morfologi berupa aglomerat atau penggumpalan. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Hui dkk, (2010), dimana partikel yang diamati berbentuk agglomerate



Gambar 4. Foto SEM HAp Hasil Sintesis

Untuk mengetahui luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan maka dilakukan uji *surface area analysis* dengan BET. Berdasarkan uji BET maka di dapat luas permukaan hidroksiapatit hasil sintesis yaitu $8.968 \text{ m}^2/\text{g}$

DAFTAR PUSTAKA

- Ahn, J.W., J.H. Kim, H.S. Park, J.A. Kim, C. Han dan H. Kim. 2005. Synthesis Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate In $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-Naoh}$ Reaction System. *Journal of Chemical Engineering* 22(6): 852-856.
- Anuar, A., M.N.A. Salimi, M. Zulkali, M. Daud dan Y.F. Yee. 2013.Characterizations Of Hydroxyapatite (Hap) Nanoparticles Produced By Sol-Gel Method, in *Special issue for international conference of advanced materials engineering and technology*.Advances in Environmental Biology. Bandung, Indonesia. pp 3587-3590.
- Agrawal, K.,G.Singh, D.Puri, S.Prakash, 2011. Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Sol-Gel Method for Biomedical Application.*Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering* 10(8): 727-734.
- Amrina, Q.H. 2008. Sintesa Hidroksiapatit Dengan Memanfaatkan Limbah Cangkang Telur : Karakterisasi Difraksi Sinar-X Dan Scanning Electron Microscopy (SEM). *Skripsi sarjana*. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Apriliany, L. 2012. Pemanfaatan cangkang telur sebagai bahan alternatif pembuatan briket. Makalah.Dinas Pendidikan Kota Pasuruan, Pasuruan.
- Azis, Y., N. Jamarun., S. Arief dan H. Nur. 2015. Facile Synthesis of Hidroxyapatite Particels from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hydrothermal Method. *Journal of Chemical Engineering* 31(2).
- Balamurugan, A., J. Michel, J. Faure, H. Benhayoune, L. Wortham, G. Sockalingum, V. Banchet, S. Bouthors, D. L. Maquin, G. Balossier. 2006. Synthesis and Structural Analysis of Sol Gel Derived Stoichiometric Monophasic Hydroxyapatite. *Ceramics – Silikaty* 50(1):27-31.
- Cimdina, L. G., Borodajenko, N. 2012. *Research of Calcium Phosphates Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. InTech, Institute of General Chemical Engineering, Riga Technical University, Latvia.
- Dahlan, K., F. Prasetyanti, dan Y. W. Sari. 2009. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Menggunakan Dry Metode.*Journal of Biofisika* 5(2):71-78.