

# Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Cangkang Telur Ayam Melalui Proses *Sol Gel* dengan Variasi pH dan Waktu Aging

<sup>1</sup>Clara Shinta Asri Alpina, <sup>2</sup>Yelmida A, <sup>2</sup>Zultiniar

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

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

Email : [csasrialpina@gmail.com](mailto:csasrialpina@gmail.com)

## ABSTRACT

*Hydroxyapatite*  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  is a compound of calcium phosphate which is a bioactive, biocompatible and bioresourable. *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, the varied of this method is pH (9; 10; and 11) and the aging time (24 hours; 48 hours; 72 hours). The analysis result of HAp synthesis with Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) showed that the apatite compound has been formed with the absorption of  $PO_4^{3-}$  ion at the wave number 1,025. The highest transmittance obtained on the sample at the pH 9 aging time 24 hours; pH 9 aging time 48 hours and pH 9 aging time 72 hours. Based on X-ray Diffraction (XRD) analysis, the best HAp obtained in pH 9 aging time 72 hours with monoclinic crystal structure, with particle size was 53.89 nm. The result of SEM-EDX analysis showed the morphological form agglomerate. The mole ratio of Ca and P hydroxyapatite from PCC of egg shell was 1.52 and 2.755  $m^2/g$  surface area.

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

## 1.PENDAHULUAN

Penerapan biomaterial dalam cakupan biomedikal telah mendapat perhatian yang besar dalam penelitian belakangan ini. Biomaterial merupakan material sintesis yang dipakai untuk mengganti bagian dari sistem hidup atau berfungsi secara terikat dengan jaringan hidup. Biomaterial digunakan untuk penanganan kasus kerusakan tulang yang sering terjadi sebagai akibat fraktur

dengan cara pembedahan ataupun pencangkokan (Yahya, 2016).

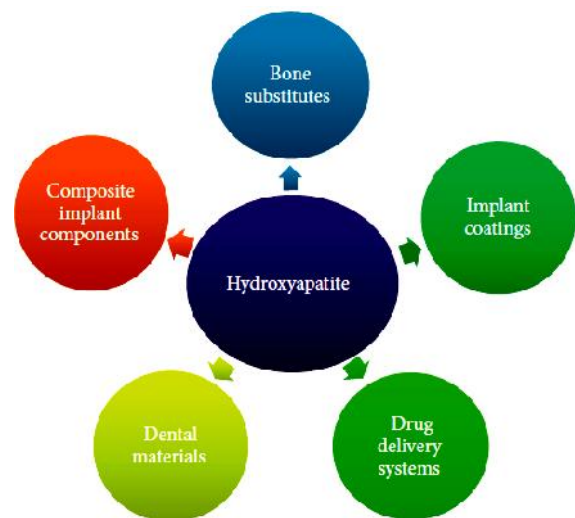
Diantara sekian banyak biomaterial, hidroksiapatit adalah yang paling sering digunakan untuk menangani kasus kerusakan tulang. Hidroksiapatit (HAp,  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ) adalah mineral utama yang ditemukan sebagai penyusun tulang dan gigi. Ketika dibuat dan dijadikan sebagai biomaterial untuk *filler* dan *implant* tulang. HAp sintetik tidak menunjukkan

efek beracun. Hidroksiapatit memperlihatkan sifat biokompatibilitas yang sangat baik dengan jaringan keras, kulit maupun otot. Selain itu, hidroksiapatit sintetis dapat berikatan langsung dengan tulang (Mobasherpour dkk, 2007).

Sintesis hidroksiapatit telah dikembangkan dengan sumber kalsium dari bahan bentukan alam seperti batu kapur atau biomaterial seperti kerang-kerangan (Azis dkk, 2015; Muntamah, 2011; Walendra, 2012), *coral* (Hien dkk, 2010) dan cangkang telur (Yahya, 2016; Amrina, 2008; Gergely dkk, 2010). Pada penelitian ini, peneliti akan menggunakan cangkang telur ayam pada sintesis HAp. Cangkang telur ayam diketahui mengandung kadar kalsium yang cukup tinggi dalam bentuk kalsium karbonat,  $\text{CaCO}_3$ , sehingga dapat digunakan sebagai sumber kalsium pada sintesis HAp.

Telur ayam ras merupakan makanan yang banyak dikonsumsi masyarakat Indonesia karena memiliki nilai gizi yang tinggi dan harga yang relatif murah. Kebutuhan akan telur ayam ras di Indonesia mengalami peningkatan setiap tahunnya. Ini dapat dilihat dari peningkatan produksi telur ayam ras 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 Riau mengalami peningkatan sebesar 1.43% dari tahun 2014

ke 2015 (Dirjen peternakan 2014). Untuk setiap butir telur ayam ras, akan dihasilkan cangkang telur ayam ras sekitar 10-12% berat. Berdasarkan data produksi telur ayam ras dan berat cangkang yang dihasilkannya, maka penggunaan cangkang telur ayam ras sebagai sumber kalsium akan sangat menguntungkan pada sintesis HAp.



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

## 2. METODE PENELITIAN

### 2.1 Bahan

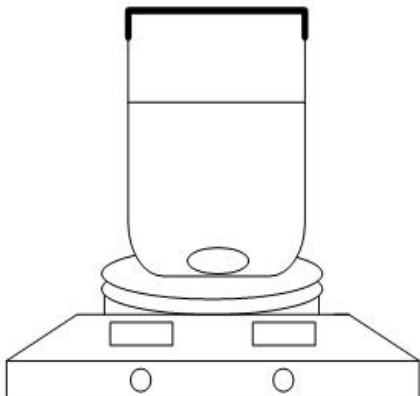
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan baku cangkang telur ayam ras sebagai sumber Ca yang didapat di daerah Pekanbaru,  $\text{HNO}_3$  0.3 M sebagai pelarut PCC,  $\text{NH}_4\text{OH}$  33%, gas  $\text{CO}_2$ , kertas pH, aquades dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  99%.

### 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 strirrer*, *furnace*, *oven*, ayakan 100-120 mesh, lumpang, timbangan analitik, *hot plate*.

### 2.3 Variabel

Variabel berubah pada penelitian ini adalah pH 9;10;11 dan waktu *aging* 24; 48; 72



**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  $\text{HNO}_3$ , 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 dan diaduk selama 3 jam dengan kecepatan putar pengaduk 300 rpm dan pH diatur dengan variasi 9; 10; 11. Selanjutnya larutan di *aging* dengan variasi 24; 48; 72 jam pada suhu kamar. Setelah proses *aging*, akan terbentuk gel. Tahap berikutnya adalah pengeringan gel, dilakukan dalam oven pada suhu  $80\text{ }^\circ\text{C}$  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  $110\text{ }^\circ\text{C}$  dan ditimbang hingga beratnya

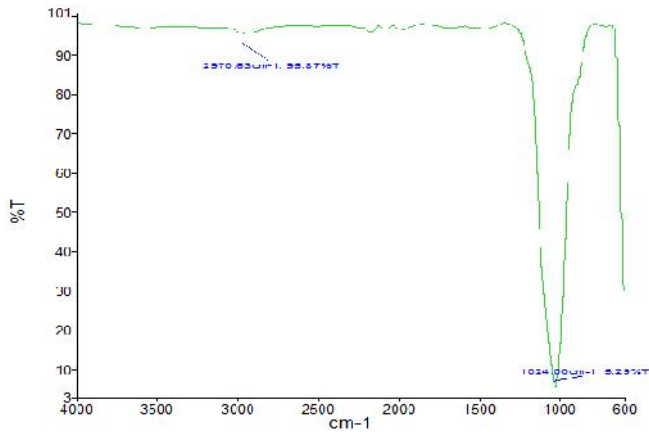
konstan. Hidroksiapatit di sintering selama 1 jam pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$

### 2.5 Hasil dan Pembahasan

Sintesis HAp dari PCC cangkang telur ayam melalui proses sol gel dengan variasi pH 9; 10; 11 dan waktu *aging* 24; 48; 72 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  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{OH}^-$ , dan  $\text{CO}_3^{2-}$  dalam *range*  $4000$  hingga  $600\text{ cm}^{-1}$ . Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAp standar yaitu gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang  $964\text{ cm}^{-1}$  dan  $1156\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang  $635\text{ cm}^{-1}$  dan  $3800\text{--}2600\text{ cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang  $1386\text{ cm}^{-1}$ ,  $1417\text{ cm}^{-1}$ ,  $1635\text{ cm}^{-1}$ ,  $1997\text{ cm}^{-1}$ , dan  $2359\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang  $875\text{ cm}^{-1}$  (Cimdina, 2012).

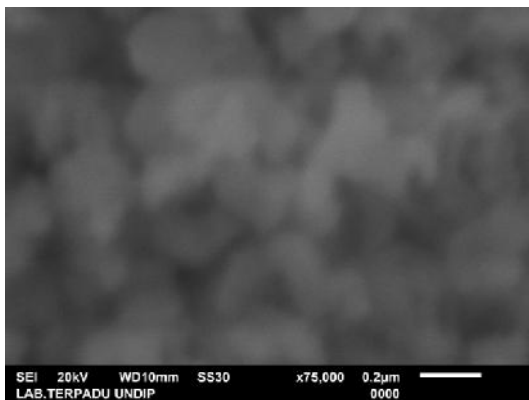
Pada sampel HAp yang disintesis juga terdapat gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  yang muncul pada gelombang  $1019\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai dengan Cimdina & Borodajenko (2012) yang menyatakan bahwa *range* untuk  $\text{PO}_4^{3-}$  berada pada gelombang  $964\text{ cm}^{-1}$  dan  $1156\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ .



**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  $2\theta$  yang mirip dengan pola spektrum XRD hidroksiapatit standar dari data JCPDS 01-086-0740 (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) pada sudut  $2\theta$ :  $25.8^\circ$ ,  $31.9^\circ$ ,  $32.2^\circ$ ,  $32.9^\circ$ ,  $33.9622^\circ$ ,  $39.7427^\circ$

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  $2.5 \text{ m}^2/\text{g}$

## 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.
- Azis, Y., N. Jamarun., S. Arief dan H. Nur. 2015. Facile Synthesis of Hidroxyapatite Particels from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hidrothermal Method. *Journal of Chemical Engineering* 31(2): 110-115