

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI LIMBAH CANGKANG TELUR AYAM MENGGUNAKAN *REAGEN* KH_2PO_4 DENGAN METODE KALSIKASI DAN HIDROTHERMAL

Gilbert Dosroha Partogi¹, A.P. Bayuseno¹, Jamari²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

²Dosen Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

Jl. Prof. Sudharto, SH., Tembalang-Semarang 50275, Telp. +62247460059

E-mail: gilbert14@students.undip.ac.id

Abstrak

Seiring meningkatnya konsumsi telur ayam di Indonesia, jumlah limbah cangkang telur ayam juga mengalami peningkatan. Cangkang telur ayam memiliki kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) yang cukup tinggi, sekitar 94%. Kandungan mineral utamanya berupa kalsium dan fosfor, unsur penting yang juga terdapat pada tulang dan gigi, sehingga berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan dasar sintesis hidroksiapatit (HAp). Penelitian ini bertujuan mengkaji proses pembuatan HAp berbasis limbah cangkang telur ayam dengan kombinasi metode kalsinasi dan hidrotermal, serta menganalisis karakteristiknya. Serbuk cangkang telur dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 2 jam, kemudian diuji XRF dan diproses lebih lanjut melalui metode hidrotermal dalam *autoclave* pada suhu 180 °C dan dengan variasi waktu 14 jam, 16 jam, dan 18 jam. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRD, FT-IR, SEM-EDX, dan DTA-TGA. Pendekatan penelitian bersifat kuantitatif-eksperimen dengan analisis data secara statistik untuk menguji kesesuaian hasil terhadap teori.

Kata Kunci: cangkang telur ayam; hidrotermal; hidroksiapatit; kalsinasi

Abstract

As the consumption of chicken eggs increases in Indonesia, the amount of chicken egg shell waste has also increased. Chicken egg shells have a fairly high content of calcium carbonate (CaCO_3), around 94%. The main mineral content is calcium and phosphorus, important elements that are also found in bones and teeth, so it has the potential to be used as a basic material for hydroxyapatite (HAp) synthesis. This study aims to examine the process of making HAp based on eggshell waste with a combination of calcination and hydrothermal methods, and analyze its characteristics. The eggshell powder is calcined at 900°C for 2 hours, then XRF tested and further processed through hydrothermal methods in an autoclave at temperature 180°C and 14 hours, 16 hours, and 18 hours. Characterization was performed using XRD, FT-IR, SEM-EDX, and DTA-TGA. The research approach is quantitative-experimental with statistical data analysis to test the suitability of the results to the theory.

Keywords: chicken egg shell; calcination; hydrothermal; hydroxyapatite

1. Pendahuluan

Limbah merupakan bahan buangan atau sisa yang tidak lagi digunakan dari hasil kegiatan manusia, baik pada skala rumah tangga maupun industri. Menurut data Badan Pusat Statistik (BPS) tahun 2024, produksi telur ayam di Indonesia mencapai 6,34 juta ton dengan konsumsi telur per kapita sekitar 260 butir per tahun. Setiap butir telur menghasilkan cangkang sekitar 10% dari berat totalnya [1]. Berdasarkan perhitungan tersebut, jumlah limbah cangkang telur diperkirakan mencapai 634 ribu ton per tahun. Apabila tidak dikelola dengan baik, limbah tersebut berpotensi menimbulkan masalah lingkungan baru.

Cangkang telur merupakan lapisan pelindung yang menjaga isi telur dari pengaruh lingkungan luar. Kandungan utama cangkang telur ayam adalah kalsium karbonat (CaCO_3) dengan kadar sekitar 94%–97% [2]. Kandungan ini menjadikan cangkang telur berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan baku awal dalam sintesis biomaterial. Biomaterial sendiri didefinisikan sebagai material yang secara khusus dikembangkan untuk berinteraksi dengan sistem biologis, dengan tujuan memperbaiki, mengganti, maupun meregenerasi jaringan tubuh yang mengalami kerusakan [3]. Di Indonesia, kebutuhan biomaterial terus meningkat, meskipun data statistik pastinya belum tersedia. Menurut informasi dari Bank Jaringan Riset BATAN, biomaterial telah digunakan oleh sekitar 49 rumah sakit di Indonesia. Salah satu biomaterial yang banyak diteliti dan dimanfaatkan adalah hidroksiapatit.

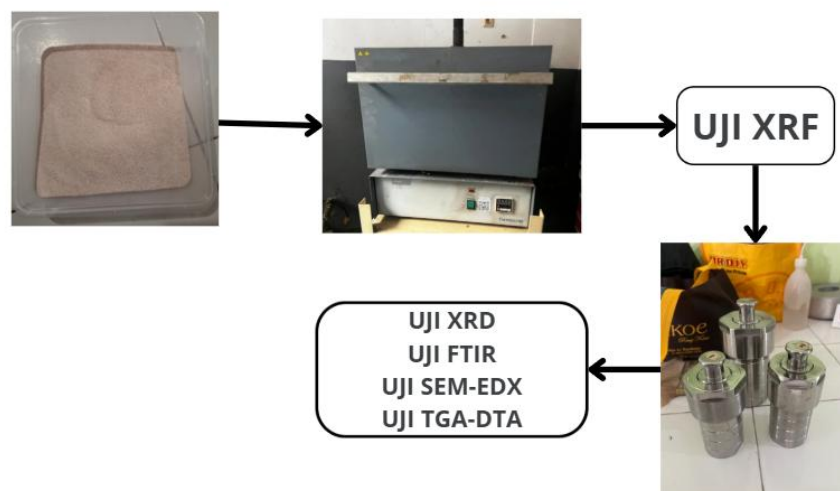
Hidroksiapatit menjadi kandidat biomaterial unggulan karena kemampuannya dalam mendukung proses regenerasi tulang. Namun saat ini, menurut data BPS dan LKPP, tingginya ketergantungan Indonesia terhadap impor hidroksiapatit disebabkan oleh terbatasnya kemampuan produksi domestik serta mahalnya harga jual produk di pasar lokal [4]. Sebagai solusi potensial, upaya sintesis hidroksiapatit dari sumber bahan alam dapat dikembangkan, mengingat Indonesia memiliki ketersediaan sumber daya kalsium alami yang sangat melimpah untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku utama [5].

Penelitian ini berfokus pada proses sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit (HAp) dengan memanfaatkan cangkang telur ayam sebagai bahan baku awal kalsium alami. Meskipun pemanfaatan limbah cangkang telur telah banyak diteliti, tantangan utama dalam sintesis biomaterial ini adalah pengendalian rasio molar Ca/P serta peningkatan stabilitas termal struktur kristal agar menyerupai jaringan tulang manusia [6]. Proses pembuatan dimulai dengan tahap *crushing*, dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu sekitar 900 °C selama 2 jam. Tahap kalsinasi bertujuan menghilangkan kandungan karbon dan zat organik dalam bubuk cangkang telur sehingga diperoleh kalsium oksida CaO murni [7]. Perbedaan dalam penelitian ini terletak pada penggunaan reagen KH_2PO_4 (Kalium Dihidrogen Fosfat) sebagai sumber fosfat, yang dikombinasikan dengan metode hidrotermal. Penggunaan KH_2PO_4 diharapkan mampu memberikan lingkungan reaksi yang lebih stabil dibandingkan reagen yang sudah diteliti sebelumnya, guna mengatasi celah rendahnya tingkat kristalinitas yang sering ditemukan pada metode suhu rendah. Namun, hingga saat ini, referensi yang secara spesifik membahas perbandingan kadar KH_2PO_4 yang optimum untuk menghasilkan struktur HAp dengan ukuran partikel kecil dan morfologi yang teratur masih terbatas.

Selanjutnya, material hasil kalsinasi dianalisis menggunakan XRF untuk memastikan kemurnian prekursor sebelum diproses dengan metode hidrotermal. Tahap akhir penelitian ini adalah metode atau karakterisasi material. Metode XRD digunakan untuk menentukan derajat dan persentase kristalinitas serta memperkirakan ukuran kristal. Metode FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi bilangan gelombang (*wavenumber*) dari gugus fungsional. Sementara itu, metode SEM-EDX digunakan untuk menganalisis komposisi kimia, morfologi permukaan, dan ukuran butir material. Terakhir, metode DTA-TGA digunakan untuk mempelajari perubahan termal, khususnya reaksi eksotermik yang terjadi pada sampel.

2. Metode Penelitian

Pada pengujian kali ini, proses sintesis hidroksiapatit beserta karakterisasinya dilakukan secara rinci pada gambar 1, diawali dengan *crushing* cangkang telur ayam hingga karakterisasi hasil proses hidrotermal.



Gambar 1. Diagram Alir Metode Penelitian

Proses awal yang dilakukan ialah menghancurkan cangkang telur ayam utuh menjadi serbuk yang lebih kecil dan halus menggunakan alat *crushing* seperti blender. Hasil *crushing* tersebut kemudian disaring pada alat *mesh* 100x, yaitu saringan dengan 100 lubang per inci. Proses penyaringan berfungsi untuk serbuk cangkang telur ayam memiliki distribusi panas merata selama proses kalsinasi [8]. Proses kalsinasi dilakukan pada temperatur 900°C menggunakan *furnace* selama 2 jam guna menghilangkan senyawa organik, seperti protein, kolagen, dan zat volatil lainnya. Setelah melalui tahap kalsinasi, hasil sampel diuji menggunakan XRF untuk mengetahui besaran kandungan zat-zat kimia yang nantinya akan dikombinasikan dengan reagen yang sudah ditentukan diawal yaitu KH_2PO_4 .

Analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) menggunakan alat EDX model Orbis Micro-XRF berfungsi untuk menentukan takaran reagen KH_2PO_4 (Kalium Dihidrogen Fosfat) yang dibutuhkan dalam proses hidrotermal. Prinsip kerja XRF didasarkan pada interaksi sinar-X dengan sampel. Saat foton ditembakkan ke material, energi yang dihasilkan mampu melepaskan elektron dari kulit K atom sehingga elektron tersebut terlepas dari ikatan inti [9]. Hasil data dimanfaatkan untuk menentukan rasio kalsium terhadap fosfor (Ca/P) yang diperlukan.

Proses hidrotermal diawali dengan menambahkan larutan reagen KH_2PO_4 ke serbuk hasil proses kalsinasi untuk mencapai rasio Ca/P ideal sebesar 1,67. Serbuk diletakkan pada *autoclave* yang wadahnya berlapis teflon. Temperatur yang diaplikasikan adalah 180°C dengan variasi durasi 14, 16, dan 18 jam. Setelah proses hidrotermal, serbuk dikeringkan menggunakan oven selama 120 menit dan dilanjutkan ke metode analisis SEM.

Pengamatan morfologi partikel hidroksiapatit memanfaatkan metode *Scanning Electron Microscopy* (SEM) pada alat Hitachi SU3500 dengan perbesaran hingga 10000x. Analisis SEM memberikan data mengenai struktur permukaan dan ukuran partikel cangkang telur ayam.

Variabel tetap dalam penelitian ini terdiri dari serbuk cangkang telur ayam *mesh* 100x dengan suhu kalsinasi 900°C selama 2 jam. Variabel bebas meliputi proses hidrotermal dengan variasi waktu 14, 16, dan 18 jam, dan temperatur 180°C . Variabel terikat meliputi hasil karakterisasi dari serbuk cangkang telur ayam dengan berbagai macam metode sintesis hidroksiapatit XRD, FTIR, SEM-EDX, dan TGA-DTA.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1. Hasil Pengujian Xrf

Hasil analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) terhadap cangkang telur ayam yang telah melalui proses kalsinasi selama 2 jam pada suhu 900°C ditunjukkan pada Tabel 1. serbuk cangkang telur ayam mengandung senyawa CaO sebesar 74.72% dan senyawa P_2O_5 sebesar 0.518% dari keseluruhan material serbuk.

Tabel 1. Analisis XRF Serbuk Cangkang Telur Ayam Hasil Kalsinasi Selama 2 Jam pada Suhu 900°C

Senyawa	Massa (%)
MgO	0.842
SiO_2	0.032
P_2O_5	0.518
SO_3	0.347
Cl	0.0040
K_2O	0.0589
CaO	74.72
SrO	0.0318
ZrO_2	0.0065

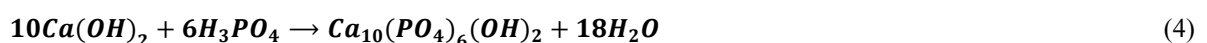
Hasil proses kalsinasi pada material cangkang telur ayam yang diuji setiap 10 gram, hasil kalsinasi didapatkan rata-rata sebesar 5 gram. Berdasarkan kandungan senyawa CaO dan P_2O_5 , selanjutnya dilakukan perhitungan untuk takaran reagen yang berfungsi untuk dicampur dengan 1,5 gram serbuk hidroksiapatit cangkang telur ayam sebelum dilakukan proses hidrotermal sesuai persamaan berikut, proses perhitungan massa reagen yang dibutuhkan dalam proses hidrotermal hidroksiapatit sebagai berikut.

$$\text{mol } P = \frac{\text{massa reagen} \times \text{kadar}}{\text{MR } \text{KH}_2\text{PO}_4} \quad (1)$$

$$0,011875 = \frac{\text{massa reagen} \times 0,99}{136} \quad (2)$$

$$\text{massa reagen} = 1,6313\text{gr} = 1,63\text{gr} \quad (3)$$

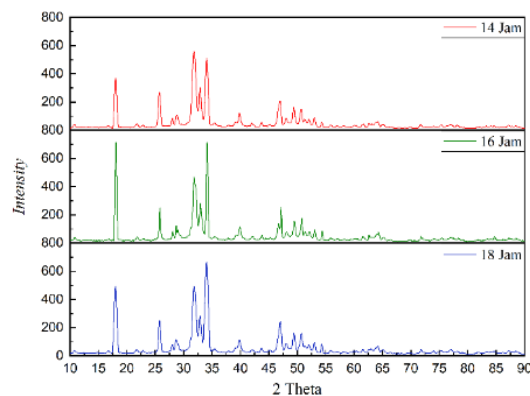
Dari persamaan (3), setiap 1,5 gr hasil kalsinasi serbuk cangkang telur ayam terbukti membutuhkan takaran reagen kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) sebesar 1,63 gr pada proses hidrotermalnya. Penambahan larutan reagen KH_2PO_4 bertujuan untuk memberikan kadar fosfor yang dibutuhkan dalam pembentukan hidroksiapatit. Proses selanjutnya merupakan struktur reaksi kimia pada kondisi hidrotermal, di mana kalsium oksida dan fosfat bereaksi untuk menghasilkan kristal hidroksiapatit sebagai penyusun utama pada persamaan (4).



Persamaan reaksi kimia menunjukkan proses pembentukan senyawa hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) melalui reaksi antara kalsium oksida (CaO) dan kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4). Dua (2) ion penyusun utama hidroksiapatit (HA), yaitu ion kalsium (Ca^{2+}) dan ion fosfat (PO_4^{3-}) bereaksi membentuk kristal HA. Proses ini memenuhi standar untuk pengaplikasian biokeramik dan rekayasa implan jaringan tulang [10].

3.2. Hasil Pengujian XRD

Pada Gambar 2 merupakan grafik hasil analisis pola XRD dari setiap sampel hidroksiapatit cangkang telur ayam dengan suhu 180°C dan variasi perlakuan waktu hidrotermal. Grafik pola XRD tersusun secara berurutan dari yang paling atas 14 jam berwarna merah, 16 jam berwarna hijau, dan 18 jam berwarna biru.



Gambar 2. Grafik Hasil Analisis Pola Difraksi XRD

Berdasarkan grafik di atas, dapat dilihat bentuk fasa yang paling banyak terbentuk merupakan hidroksiapatit (HAP) dengan formula senyawa $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Dibuktikan dengan puncak difraksi setiap sampel pada sudut 2θ yang ditulis dalam Tabel 2.

Tabel 2. Perbandingan Hasil Puncak Difraksi Uji XRD

Bidang (<i>hkl</i>)	Data Acuan JCPDS 09-0432 ($^\circ$)	XRD ($^\circ$)		
		14 Jam	16 Jam	18 Jam
(002)	25,87	25,76	25,83	25,77
(211)	31,77	31,88	31,95	31,88
(300)	32,90	32,92	33,00	32,94
(202)	34,04	34,06	34,12	34,06

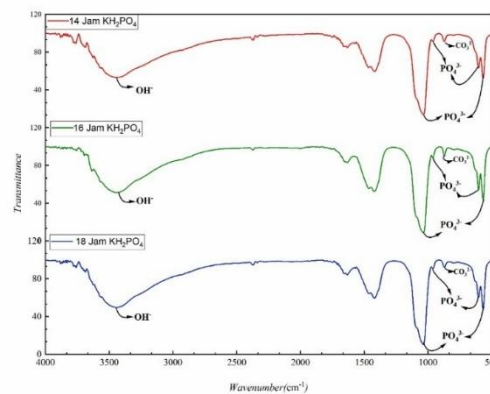
Lebih lanjut, selain mengonfirmasi terbentuknya fase hidroksiapatit melalui analisis pola puncak difraksi, data pengujian XRD juga memberikan informasi mengenai analisis kualitas kristal yang dihasilkan. Kualitas kristal ini dibagi menjadi tiga yaitu, tingkat kemurnian, kristalinitas, serta ukuran diameter kristalit yang dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Karakteristik Pengujian XRD

Kandungan	Durasi Waktu Hidrotermal		
	14 Jam	16 Jam	18 Jam
Kemurnian (%)	93.8	89.9	94.4
Kristalinitas (%)	87.4	85.9	83.2
Diameter (nm)	23.5	24.3	23.7

3.3. Hasil Pengujian FT-IR

Pada Gambar 3 merupakan grafik hasil analisis FT-IR dari serbuk hidroksiapatit cangkang telur ayam. Setiap warna menunjukkan masing-masing sampel dengan perlakuan waktu proses hidrotermal.

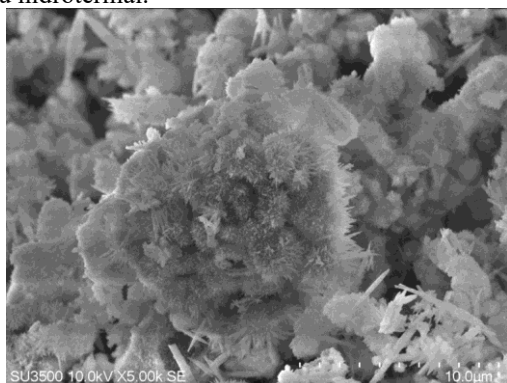


Gambar 3. Grafik Spektrum FT-IR Serbuk Hidroksiapatit Cangkang Telur Ayam

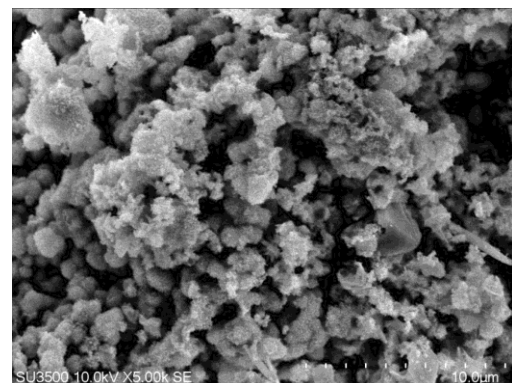
Gambar 3 menunjukkan spektrum FT-IR dari hidroksiapatit hasil sintesis dengan variasi waktu hidrotermal 14, 16, dan 18 jam. Hasil pengujian menunjukkan munculnya karakteristik puncak gugus fungsi penyusun hidroksiapatit secara konsisten. Gugus hidroksil (OH^-) terdeteksi pada *wavenumber* sekitar 3440cm^{-1} , yang menandakan keberhasilan pembentukan fase hidroksiapatit di setiap variasi waktu. Selain itu, penanda utama keberhasilan sintesis ini adalah munculnya vibrasi gugus fosfat (PO_4^{3-}) yang sangat intens pada *wavenumber* rentang $1100 - 1000\text{cm}^{-1}$ dan $600 - 560\text{cm}^{-1}$, sejalan dengan literatur[11].

3.4. Hasil Pengujian SEM-EDX

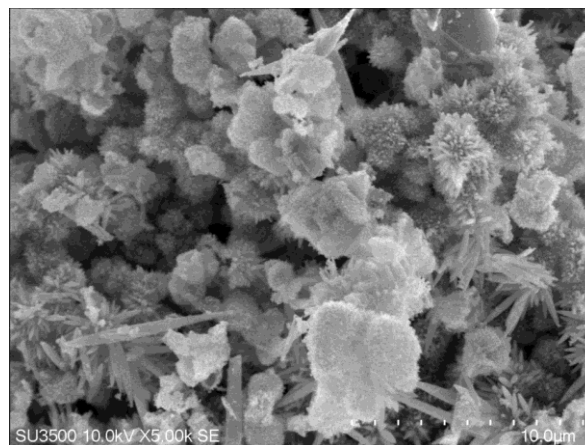
Pada Gambar 4 menunjukkan gambar morfologi dari serbuk hidroksiapatit cangkang telur ayam yang diuji dengan menggunakan metode SEM. Perbesaran mikroskop yang digunakan 5000 kali dengan pendeteksi SE (*Secondary Electrone*) berfungsi menghasilkan permukaan sampel dalam skala mikrometer. Besaran skala $10\text{ }\mu\text{m}$ sebagai acuan pengukuran partikel dan struktur serbuk hidroksiapatit. Berikut masing-masing gambar setiap sampel berdasarkan variasi waktu hidrotermal.



(a) 14 Jam



(b) 16 Jam



(c) 18 Jam

Gambar 4. Hasil SEM Serbuk Hidroksiapatit Cangkang Telur Ayam

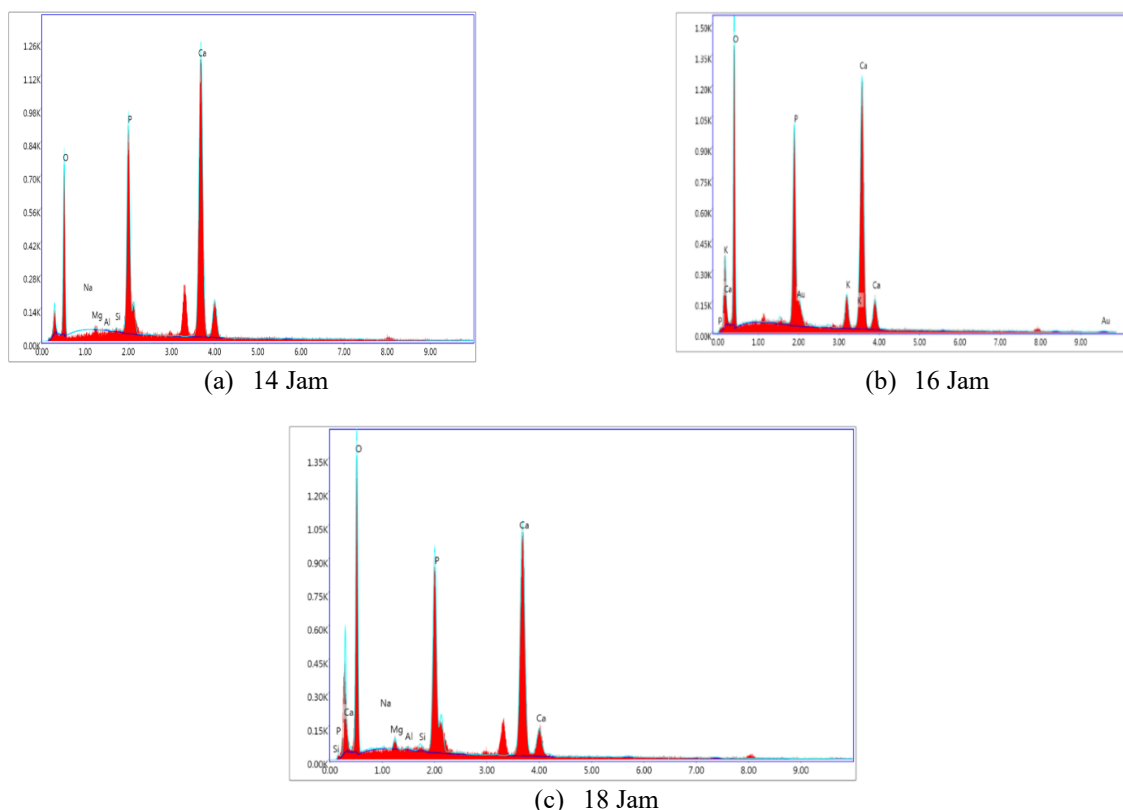
Berdasarkan hasil analisis SEM Berdasarkan hasil analisis SEM, pada waktu sintesis 14 jam gambar 4.9(a), morfologi permukaan didominasi oleh partikel-partikel yang mengalami aglomerasi (penggumpalan) tinggi dengan bentuk yang cenderung tidak beraturan (*irregular*). Pada fase ini, mulai terlihat adanya inisiasi pembentukan kristal primer dengan bentuk menyerupai batang atau jarum (*rod/needle-like*) yang tersebar secara acak di permukaan gumpalan. Hal ini mengindikasikan bahwa pada waktu 14 jam, proses berada pada tahap awal hingga menengah dari pertumbuhan kristal, di mana nukleasi telah terjadi namun partikel belum memiliki waktu dan energi yang cukup untuk menata diri menjadi bentuk yang teratur dan seragam. Tingginya energi permukaan menyebabkan partikel cenderung beraglomerasi.

Peningkatan waktu hidrotermal menjadi 16 jam gambar 4.9(b) menunjukkan transisi morfologi yang cukup jelas. Partikel-partikel yang sebelumnya berbentuk jarum tak beraturan dan menggumpal kuat, kini bertransformasi menjadi bentuk granular (butiran) mikroskopis yang lebih membulat dan membentuk klaster-klaster berpori. Pada fase ini, diyakini terjadi proses pelarutan kembali sebagian kristal-kristal kecil atau berujung tajam, yang kemudian mengendap kembali pada partikel yang lebih besar (mekanisme yang dikenal sebagai *Ostwald ripening*). Proses penataan ulang ini merupakan upaya sistem untuk meminimalisir energi permukaan total, menghasilkan morfologi yang lebih padat dan mulai membulat.

Pada waktu penahanan 18 jam gambar 4.9(c), morfologi HAp mengalami perubahan drastis menjadi struktur yang sangat teratur. Hidroksiapatit berhasil membentuk struktur mikro-hierarkis (3D) yang membulat (mikrosfer) dengan tekstur permukaan menyerupai bunga (*flower-like*) atau bulu babi (*sea urchin-like*). Jika diamati lebih detail, struktur bulat tersebut tersusun dari susunan kristal-kristal halus berbentuk jarum atau pelat (*nanoflakes/nanoneedles*) yang tumbuh menyebar dari titik pusat ke arah luar (*radially oriented*). Pembentukan struktur ini membuktikan bahwa perpanjangan waktu hidrotermal hingga 18 jam memberikan energi termal termodinamika yang optimal dan waktu difusi yang cukup bagi kristal untuk melakukan proses perakitan mandiri (*self-assembly*). Morfologi *flower-like* ini umumnya merupakan bentuk yang lebih stabil secara termodinamika.

Secara keseluruhan, peningkatan waktu sintesis hidrotermal dari 14 jam hingga 18 jam memicu transisi morfologi hidroksiapatit dari aglomerat tak beraturan (*irregular agglomerates*) menjadi struktur granular, dan akhirnya mencapai bentuk struktur hierarkis 3D menyerupai bunga (*flower-like microspheres*). Proses ini dikontrol oleh mekanisme *Ostwald ripening* dan *self-assembly* (perakitan mandiri) yang sangat bergantung pada waktu pemanasan (*aging time*) di dalam autoklaf untuk mencapai kesetimbangan termodinamika kristal.

Pada Gambar 4.10 merupakan grafik hasil analisis metode EDX dengan ketentuan tegangan percepatan sekitar 15 kV dan perbesaran 5000 kali. Sudut pengambilan antara detektor dan sampel sebesar 35° dengan *live time* pengambilan data selama 10 detik. Detektor yang digunakan adalah Octane Pro A dengan resolusi sebesar 125.7 eV dan penguatan sinyalnya selama 3.84 μ s. Grafik hasil setiap sampel hidroksiapatit ditunjukkan sebagai berikut.

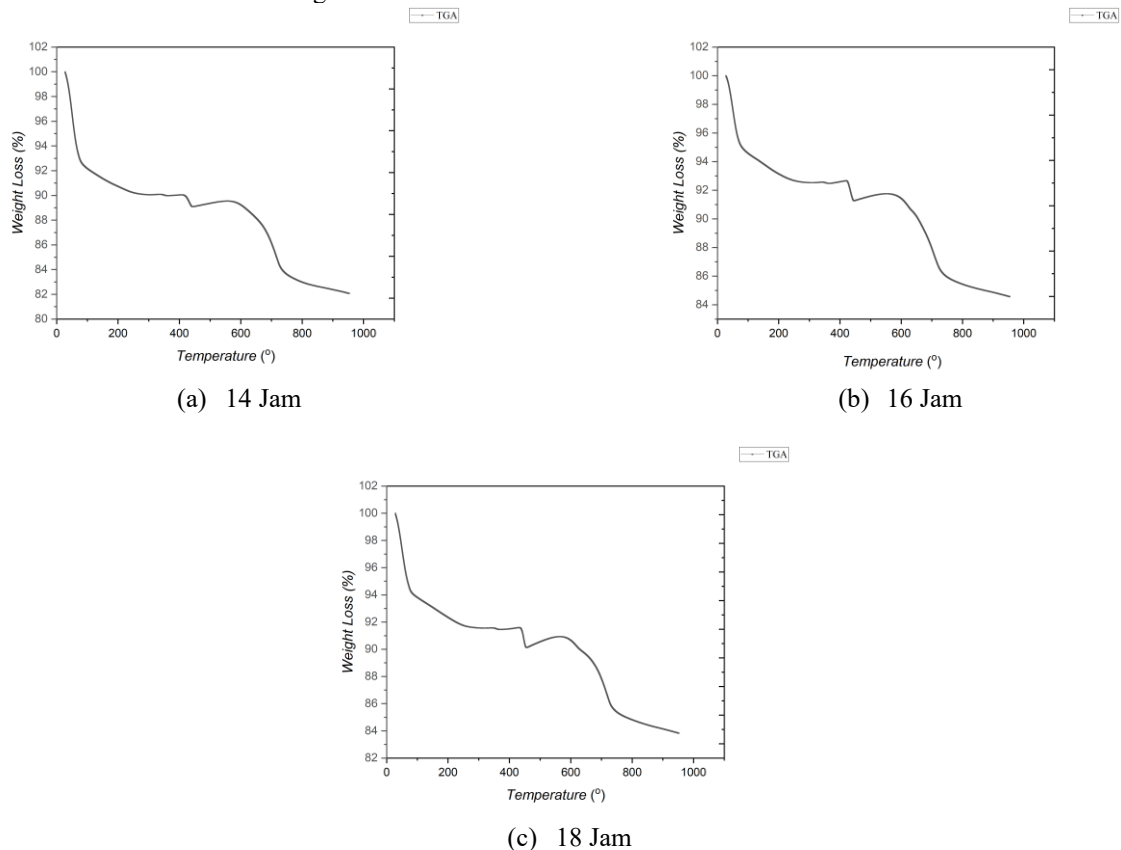


Gambar 5. Grafik EDX Serbuk Hidroksiapatit Cangkang Telur Ayam

Berdasarkan grafik hasil analisis EDX, sumbu x menunjukkan energi sinar X yang dipancarkan dari sampel hidroksiapatit dalam satuan keV (kiloelektronvolt). Unsur-unsur yang muncul meliputi Ca (kalsium), P (fosfor), O (oksigen), Na (natrium), Mg (magnesium), K (kalium), Al (aluminium), dan Si (silikon). Setiap unsur memiliki nilai energi tersendiri sesuai yang muncul pada grafik. Sumbu y menunjukkan besaran intensitas sinar X dalam hitungan detektor. Semakin tinggi puncak pada grafik, semakin besar pula intensitas sinar-X karakteristik dari unsur yang dihasilkan. Hasil puncak tertinggi diperoleh unsur Ca, P, dan O yang membuktikan pada setiap sampel variasi waktu hidrotermal, penyusun utama karakteristik hidroksiapatit telah sesuai dan tepat.

3.5. Hasil Pengujian TGA-DTA

Pada Gambar 4.11 menunjukkan grafik TGA pada serbuk hidroksiapatit. Grafik analisis *thermogravimetric* setiap sampel variasi waktu hidrotermal sebagai berikut.



Gambar 6. Grafik TGA Serbuk Hidroksiapatit Cangkang Telur Ayam

Grafik TGA diatas pada ketiga sampel waktu hidrotermal menunjukkan pola degradasi termal yang serupa dengan proses penyusutan massa (*weight loss*) yang terbagi ke dalam tiga fase dekomposisi berkesinambungan. Fase pertama terjadi dari suhu ruang hingga mencapai $\pm 200^{\circ}\text{C}$, ditandai dengan penyusutan massa menjadi sekitar 92-94% yang diakibatkan oleh penguapan air pada permukaan partikel (*surface moisture*). Memasuki fase kedua pada rentang suhu $\pm 200^{\circ}\text{C}$ hingga $\pm 600^{\circ}\text{C}$, penurunan kurva terlihat lebih landai yang merepresentasikan terjadinya pelepasan air dari dalam kisi kristal (*lattice water*) secara perlahan, bersamaan dengan dekomposisi sisa senyawa organik bawaan dari cangkang telur. Penurunan massa yang tajam kembali terjadi pada fase ketiga (suhu $\pm 600^{\circ}\text{C}$ hingga $\pm 900^{\circ}\text{C}$) sebagai akibat dari fenomena dekarbonisasi, yaitu terlepasnya gas CO_2 dari sisa ion karbonat. Setelah melampaui suhu 900°C , massa kurva menjadi konstan yang menandakan fase hidroksiapatit telah stabil secara termal. Berdasarkan komparasi waktu perlakuan, sampel dengan durasi 14 jam menghasilkan residu akhir paling rendah di angka sekitar 82%. Sebaliknya, perlakuan 16 jam dan 18 jam mampu mempertahankan sisa massa yang lebih tinggi dan stabil di kisaran 84%. Hal ini membuktikan bahwa perpanjangan waktu sintesis secara efektif mampu meminimalkan fase pengotor yang rentan terdekomposisi panas, sekaligus mengoptimalkan stabilitas termal material hidroksiapatit secara keseluruhan.

4. Kesimpulan

Berdasarkan rangkaian penelitian mengenai sintesis hidroksiapatit berbahan dasar limbah cangkang telur ayam menggunakan metode kalsinasi dan hidrotermal dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Untuk membentuk senyawa hidroksiapatit melalui proses hidrotermal menggunakan reagen kalsium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4). Takaran reagen yang diperlukan untuk setiap 1,5 gr serbuk hasil kalsinasi sebesar 1,63 gr.
2. Berdasarkan hasil analisis XRD, ketiga sampel memiliki kecocokan puncak dengan data acuan JCPDS 09-0432. Pengujian ini juga membuktikan bahwa durasi waktu selama 18 jam terbukti memiliki tingkat kemurnian paling tinggi sebesar 94.4% dan durasi waktu 14 jam terbukti memiliki persentase kristalinitas paling bagus yaitu 87.4%.
3. Berdasarkan hasil analisis FT-IR, ketiga sampel memperlihatkan grafik spektrum yang hampir sama, mengindikasikan bahwa pembentukan fase kristal hidroksiapatit (HAp) telah berlangsung mendekati berhasil. Keberhasilan ini dibuktikan melalui teridentifikasinya dua gugus fungsi utama penyusun HAp, yakni gugus fosfat dan hidroksil, serta minimnya serapan dari zat pengotor berupa ion karbonat.
4. Berdasarkan hasil analisis SEM, sampel dengan durasi 18 jam memiliki morfologi HAp dengan perubahan drastis menjadi struktur yang sangat teratur. Hidroksiapatit berhasil membentuk struktur mikro-hierarkis (3D) yang membulat (mikrosfer) dengan tekstur permukaan menyerupai bunga (*flower-like*).
5. Berdasarkan hasil analisis TGA, sampel dengan durasi 14 jam menghasilkan residu akhir paling rendah di angka 82%. Sebaliknya, durasi 16 jam dan 18 jam mampu mempertahankan sisa massa yang lebih tinggi dan stabil di angka 84%. Hal ini membuktikan bahwa perpanjangan waktu sintesis secara efektif mampu meminimalkan fase pengotor yang rentan terdekomposisi panas, sekaligus mengoptimalkan stabilitas termal material hidroksiapatit secara keseluruhan.

5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Aditya, J. Stephen, and M. Radhakrishnan, "Utilization of eggshell waste in calcium-fortified foods and other industrial applications: A review," *Trends Food Sci. Technol.*, vol. 115, pp. 422–432, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.tifs.2021.06.047.
- [2] N. Sri Wardani and A. Fadli, "Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi," 2020.
- [3] Biomed, "Biomaterial Sebagai Inovasi Materil Masa Depan Kesehatan," 2023.
- [4] A. Fitriadi Akbar *et al.*, "SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT TULANG IKAN BAUNG (*Hemibagrus nemurus* sp.) SEBAGAI KANDIDAT IMPLAN TULANG," 2021.
- [5] D. F. Fitriyana, R. Ismail, and A. P. Bayuseno, "Synthesis of Hydroxyapatite from Biological Sources Prepared by The Microwave Irradiation Method: A Review," 2024.
- [6] N. Suresh, V. K. Sweety, N. Suresh, A. R. Suraj, T. Waltimo, and S. Anil, "NATURAL sources of hydroxyapatite for biomedical applications," *Ceram. Int.*, vol. 52, no. 2, pp. 1383–1391, Jan. 2026, doi: 10.1016/j.ceramint.2025.12.019.
- [7] E. A. Nada, M. E. Abu Kaddorah, M. El Jamal, A. Hamad, and F. R. Mansour, "Eggshell waste as a sustainable resource for nanoparticle preparation; synthesis, characterization and applications," *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.*, vol. 24, p. 101092, Dec. 2025, doi: 10.1016/j.enmm.2025.101092.
- [8] S. Sunardi, E. D. Krismawati, and A. Mahayana, "Sintesis dan Karakterisasi Nanokalsium Oksida dari Cangkang Telur," *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, vol. 16, no. 2, p. 250, Sep. 2020, doi: 10.20961/alchemistry.16.2.40527.250-259.
- [9] ANNISA ISLAMIYAH MUSTAMIN and NURSADA DJAM'AN, "ANALISIS UNSUR LOGAM PADA SAMPEL ORE DENGAN METODE X," POLITEKNIK NEGERI UJUNG PANDANG MAKASSAR, 2024.
- [10] Karolus Adhimas Saputra, A.P. Bayuseno, and Rifky Ismail, "PROSES SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI LIMBAH TULANG SAPI DAN LARUTAN ASAM FOSFAT (H_3PO_4) MENGGUNAKAN METODE ANALISIS SEM-EDX," *JURNAL TEKNIK MESIN UNDIP*, 2025, [Online]. Available: <https://ejournal3.undip.ac.id/index.php/jtm>
- [11] Md. Sahadat Hossain and S. Ahmed, "FTIR spectrum analysis to predict the crystalline and amorphous phases of hydroxyapatite: a comparison of vibrational motion to reflection," *RSC Adv.*, vol. 13, no. 21, pp. 14625–14630, 2023, doi: 10.1039/D3RA02580B.