



KOVALEN: Jurnal Riset Kimia

<https://bestjournal.untad.ac.id/index.php/kovalen>



Pengaruh Metode Hidrolisis Terhadap Karakteristik Kimia Senyawa Kalsium Hasil Ekstraksi dari Cangkang Telur Ayam

[The Effect of Hydrolysis Methods on Chemical Characteristics of Extracted Calcium Compounds from Chicken Eggshells]

Yurikke J. P. P. Sunarya, Yuni Kustiar[✉], Nancy Siti Djenar, Ayu Ratna Permanasari

*Program Studi D-IV Teknik Kimia Produksi Bersih, Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung
Jl. Gegerkalong Hilir, Ciwaruga, Kec. Parongpong, Kabupaten Bandung Barat, Jawa Barat*

Abstract. Preparation of calcium compounds such as calcium hydroxide, calcium carbonate, and calcium oxide from chicken eggshells can be done through conventional methods that are cheaper and more practical, such as the sol-gel hydrolysis method and the coprecipitation method. In this study, the synthesis of calcium compounds from domestic chicken eggshells was carried out using two methods: the coprecipitation method and sol-gel method. Coprecipitation method consists of acid hydrolysis and alkaline hydrolysis. Sol-gel method consists of modification I and modification II. The AAS results showed that the calcium content from the hydrolysis of acids, alkaline, sol-gel modification I, and sol-gel modification II: 14.50%, 6.64%, 6.68%, and 9.93%, respectively. The FTIR showed that calcium compounds have four characteristic absorption bands, including O–H (3641.60 and 3448.72 cm^{-1}) derived from $\text{Ca}(\text{OH})_2$ and H_2O products, C=O ($2981.95 - 1799\text{ cm}^{-1}$), and C–O ($1448.54 - 874.68\text{ cm}^{-1}$) both of which from carbonate ions (CO_3^{2-}) in CaCO_3 both from eggshell and from the resulting calcium compounds, and Ca–O (711.73 cm^{-1}) derived from CaO products. The results showed that the modification II sol-gel method was the best because calcium compounds consisting of CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, and CaO were produced in a smooth texture, white color, and with the highest calcium content compared to other methods.

Keywords: chicken eggshells, coprecipitation, sol-gel, calcium compounds

Abstrak. Pembuatan senyawa-senyawa kalsium seperti kalsium hidroksida, kalsium karbonat, dan kalsium oksida dari cangkang telur dapat dilakukan melalui metode konvensional yang lebih murah dan praktis seperti metode hidrolisis sol-gel dan metode kopresipitasi. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa-senyawa kalsium dari cangkang telur ayam negeri dengan dua metode: metode kopresipitasi dan metode sol-gel. Metode kopresipitasi terdiri dari hidrolisis asam dan basa. Metode sol-gel terdiri dari modifikasi I dan modifikasi II. Hasil pengukuran menggunakan AAS menunjukkan kadar kalsium dari hidrolisis asam, basa, sol-gel modifikasi I dan sol-gel modifikasi II secara berturut-turut yaitu: 14,50%, 6,64%, 6,68%, dan 9,93%. Hasil identifikasi FTIR menunjukkan bahwa senyawa kalsium memiliki empat pita penyerapan karakteristik yaitu O–H ($3641,60$ dan $3448,72\text{ cm}^{-1}$) yang berasal dari produk $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan H_2O , C=O ($2981,95-799\text{ cm}^{-1}$) dan C–O ($1448,54-874,68\text{ cm}^{-1}$) yang keduanya berasal dari ion karbonat (CO_3^{2-}) pada CaCO_3 baik dari cangkang telur maupun dari senyawa kalsium yang dihasilkan, serta Ca–O ($711,73\text{ cm}^{-1}$) yang berasal dari produk CaO. Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode sol-gel modifikasi II adalah yang terbaik karena senyawa kalsium yang terdiri dari CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, dan CaO dihasilkan dalam bentuk yang halus, warna putih, dan dengan kadar kalsium tertinggi bila dibandingkan dengan metode lain.

Kata kunci: cangkang telur ayam, kopresipitasi, sol-gel, senyawa kalsium

Diterima: 31 Januari 2022, Disetujui: 30 Maret 2022

Sitasi: Sunarya, Y.J.P.P., Kustiar, Y., Djenar, N.S., dan Permanasari, A.R. (2022). Pengaruh Metode Hidrolisis Terhadap Karakteristik Kimia Senyawa Kalsium Hasil Ekstraksi dari Cangkang Telur Ayam. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 8(1): 25-31.

✉ Corresponding author
E-mail: yuni.kustiar.tkp18@polban.ac.id

<https://doi.org/10.22487/kovalen.2022.v8.i1.15803>



LATAR BELAKANG

Cangkang telur yang mengandung CaCO_3 sebagai kandungan utama memiliki potensi untuk menghasilkan senyawa-senyawa kalsium yang banyak digunakan untuk aplikasi industri, seperti kalsium hidroksida, kalsium karbonat, dan kalsium oksida. Metode sintesis kimia senyawa kalsium yang sering dilakukan secara umum diantaranya metode sol-gel, metode hidrotermal, metode kopresipitasi, dan teknik mikroemulsi. Pada umumnya metode-metode tersebut akan menghasilkan nanokalsium yang menunjukkan sifat fisik dan sifat kimia yang unik. Aplikasi dari senyawa kalsium bergantung pada karakter senyawanya, diantaranya luas permukaan, bentuk, ukuran, stabilitas, kristalinitas, anti korosi, konduktivitas, dan aktivitas fotokatalitik (Habte et al., 2019; Parashar et al., 2020).

Metode sol-gel adalah salah satu metode hidrolisis yang memiliki banyak keunggulan dibandingkan mekanisme lain dalam mensintesis senyawa-senyawa kalsium karena sederhana, murah, dan menggunakan suhu dan tekanan yang rendah. Dalam beberapa tahun terakhir, teknologi sol-gel telah berhasil diterapkan dalam pembuatan gelas, pelapis oksida, dan bubuk keramik fungsional, terutama bahan oksida komposit dan bahan superkonduktor oksida bersuhu tinggi yang sulit dilakukan bila menggunakan metode lainnya (Wang, 2020).

Secara umum, metode sol-gel terdiri dari beberapa tahapan. Tahap pertama adalah hidrolisis dimana prekursor seperti serbuk cangkang telur yang mengandung CaCO_3 dilarutkan dalam larutan asam (HCl) dan akan membentuk dispersi yang stabil disebut sebagai 'sol'. Tahap kedua adalah

penambahan larutan basa secara perlahan-lahan menyebabkan terjadinya kondensasi dimana bentuk 'sol' menjadi 'gel'. Dalam peristiwa ini terbentuk inti-inti kristal (nukleasi) dari Ca(OH)_2 yang akan menghasilkan partikel berukuran kecil dan saling berhubungan satu sama lain membentuk jaringan anorganik yang kaku dan kristalin. Tahap ketiga akan terbentuk gel yang sangat kristal (*aging*) (Bokov et al., 2021; Habte et al., 2019; Parashar et al., 2020). Tahap keempat, kalsinasi, menghasilkan senyawa kalsium dalam bentuk CaO .

Metode kopresipitasi, diantaranya adalah teknik hidrolisis asam atau basa, digunakan untuk menghilangkan senyawa organik khususnya protein. Metode ini mensintesis senyawa anorganik yang menghasilkan pengendapan ketika melewati titik jenuhnya, juga untuk preparasi nanopartikel anorganik dan berbasis logam. Metode ini memiliki beberapa keunggulan, seperti rendemen produk yang tinggi, pelarut yang ramah lingkungan, dan luas permukaan yang besar. Menurut Batool dan Valiyaveetil (2020), metode kopresipitasi sederhana dan efisien yang menggunakan bahan alami dan tidak beracun dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk menghilangkan nanopartikel plastik dan polutan lainnya dari sumber-sumber air.

Salah satu zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida. Metode kopresipitasi untuk sintesis senyawa-senyawa kalsium biasanya melibatkan larutan asam (HCl) dan larutan basa (NaOH) yang dapat menghasilkan kristal nanopartikel dan air. Variabel proses yang dapat mengatur sifat koloid dari partikel akhir adalah jenis dan rasio

garam yang digunakan, suhu reaksi, pH, dan kekuatan ionik.

Hasil hidrolisis dari metode sol-gel maupun kopresipitasi dapat dilanjutkan ke proses kalsinasi (*thermal treatment*) pada suhu tertentu untuk mendapatkan senyawa CaO. Proses kalsinasi penting untuk mengontrol ukuran pori-pori dan kepadatan material (Bokov et al., 2021; Habte et al., 2019; Parashar et al., 2020).

Karakterisasi senyawa-senyawa kalsium yang dilakukan diantaranya menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk kering cangkang telur ayam berukuran 123,28 μm , NaOH (Merck), HCl (Merck), dan CaCl_2 (Merck).

Peralatan yang digunakan adalah *Furnace* (Nabatherm), Spektrofotometer Serapan Atom (SavantAA), dan *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (Prestige 21 Shimadzu).

Prosedur Penelitian

Metode kopresipitasi

a. Hidrolisis asam

Serbuk kering cangkang telur ayam sebanyak 12,5 g dihidrolisis menggunakan 250 mL HCl 1 N disertai pengadukan selama 24 jam pada suhu ruang. Selanjutnya hidrolisat disaring dan diendapkan menggunakan 250 mL NaOH 1 N. Endapan dinetralkan menggunakan akuades dan dikeringkan pada suhu 60°C

selama 24 jam. Kalsinasi dilakukan pada suhu 600°C selama 6 jam (Prinaldi, 2018).

b. Hidrolisis basa

Tepung serbuk cangkang telur ayam sebanyak 12,5 g dihidrolisis menggunakan 250 mL NaOH 1N pada 100°C selama 2 jam. Endapan dinetralkan menggunakan akuades dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam. Kalsinasi dilakukan pada suhu 600°C selama 6 jam (Prinaldi, 2018).

Metode hidrolisis sol-gel (Habte et al., 2019; Sunardi dkk., 2020)

Metode ini dilakukan dengan memodifikasi kondisi prosesnya, yaitu:

a. Modifikasi I:

12,5 g tepung cangkang telur ayam dihidrolisis menggunakan 250 mL larutan HCl 1 N pada suhu ruang selama 2 jam sehingga terbentuk sol. Kemudian sol diendapkan dengan cara menambahkan larutan NaOH 1N tetes demi tetes hingga membentuk gel dan didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Gel disaring, dinetralkan menggunakan akuades, dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam. Kalsinasi dilakukan pada suhu 600°C selama 6 jam.

b. Modifikasi II :

Tepung cangkang telur ayam sebanyak 12,5 g dihidrolisis menggunakan 250 mL larutan HCl 1 N pada suhu 90°C selama 2 jam sehingga terbentuk sol kemudian sol disaring. Pada supernatan ditambahkan larutan NaOH 1N tetes demi tetes disertai pengadukan hingga membentuk gel dan didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang. Kalsinasi dilakukan pada suhu 600°C selama 6 jam.

Karakterisasi

Senyawa kalsium hasil kalsinasi dari masing-masing metode ditentukan kadar kalsiumnya menggunakan AAS dan identifikasi gugus fungsi menggunakan FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode Kopresipitasi

Pada metode hidrolisis asam dilakukan selama 24 jam sehingga kandungan organik (protein) yang berikatan dengan CaCO_3 terurai dan menghasilkan senyawa kalsium yang berwarna putih cerah. Pada hidrolisis basa, jumlah NaOH yang ditambahkan kurang banyak sehingga senyawa kalsium yang dihasilkan berwarna abu-abu karena masih mengandung senyawa organik. Menurut Puspawati dan Simpen (2010), penambahan jumlah NaOH yang lebih tinggi dapat menghilangkan senyawa organik yang lebih banyak. Cangkang telur mengandung 1,4-4% protein, menurut Hemung (2013) kandungan senyawa organik yang tinggi mengakibatkan serbuk senyawa kalsium berwarna kusam. Serbuk putih banyak digunakan untuk fortifikasi pada beberapa produk pangan.

Metode Hidrolisis Sol-gel

Senyawa kalsium yang dihasilkan dari modifikasi I berwarna putih sedikit kekuningan. Penambahan HCl yang hanya dalam waktu 2 jam pada suhu ruang mengakibatkan masih adanya zat organik yang belum terurai sehingga reaksi berlangsung kurang optimal, sedangkan pada modifikasi II warnanya lebih putih karena pada saat penambahan asam disertai pemanasan pada suhu 90°C .

Penambahan NaOH yang dilakukan secara bertahap (tetes demi tetes) meningkatkan proses nukleasi dari CaCl_2 menjadi Ca(OH)_2 dan menghasilkan senyawa kalsium dengan tekstur yang lebih halus (Habte et al., 2019). Nukleasi adalah tahapan dimana senyawa Ca(OH)_2 terdispersi dalam reaktan yang berkumpul dan membentuk kelompok kristal yang stabil. Proses nukleasi inilah yang membedakan antara metode hidrolisis asam dengan metode sol-gel.

Serbuk senyawa-senyawa kalsium yang dihasilkan dari metode kopresipitasi dan sol-gel ditunjukkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Serbuk kalsium hasil hidrolisis dari beberapa metode

Hidrolisis Asam	Hidrolisis Basa	Sol-gel Modifikasi I	Sol-gel Modifikasi II
			
Putih cerah Halus	Abu – abu Halus	Putih sedikit kuning Lebih halus	Putih Lebih halus

Kadar Kalsium Cangkang Telur Ayam

Analisis kalsium dengan menggunakan AAS dilakukan pada cangkang telur, senyawa-

senyawa kalsium hasil hidrolisis kopresipitasi dan sol-gel. Kadar kalsium yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Kadar kalsium dari cangkang telur dan senyawa kalsium dari beberapa metode hidrolisis

Metode Hidrolisis	Kadar Kalsium (mg Ca/g sampel untuk AAS)	Kadar kalsium (%)
Asam	145,03	14,50
Basa	66,41	6,64
Sol-gel Modifikasi I	68,36	6,84
Sol-gel Modifikasi II	99,28	9,93
Cangkang Telur	46,36	4,64

Tabel 2 menunjukkan bahwa ada peningkatan kadar kalsium setelah diberikan perlakuan dengan berbagai metode hidrolisis terhadap cangkang telur. Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa-senyawa lain yang dapat mengganggu analisis kadar kalsium seperti mineral dan bahan organik telah terurai dan menguap.

Kadar kalsium hasil hidrolisis asam memiliki nilai tertinggi dibanding metode lainnya. Reaksi hidrolisis menggunakan HCl dalam waktu 24 jam dapat meningkatkan kadar kalsiumnya. HCl adalah asam kuat yang mampu menguraikan dan melarutkan mineral (*trace metal*).

Pemanasan pada suhu 90°C selama 2 jam yang dilanjutkan dengan filtrasi pada hidrolisis sol-gel modifikasi II menghasilkan senyawa kalsium dengan kadar kalsium yang lebih tinggi daripada modifikasi I. Hasil sol-gel modifikasi II dengan kadar kalsium sebesar 9,93%, hampir mendekati kadar nanokalsium hasil penelitian Sunardi dkk. (2020), yaitu 10,94%.

Metode hidrolisis basa menghasilkan kadar kalsium terendah yaitu 6,64% karena volume NaOH yang digunakan lebih sedikit. Kemampuan NaOH dalam menguraikan mineral yang terkandung dalam cangkang

telur lebih rendah daripada HCl dan lebih berperan sebagai zat pengendap.

Spektrum FTIR Senyawa Kalsium

Senyawa-senyawa kalsium dari cangkang telur, hasil kopresipitasi, dan sol-gel selanjutnya dianalisis keberadaan gugus fungsinya menggunakan FTIR seperti yang ditunjukkan Gambar 1.

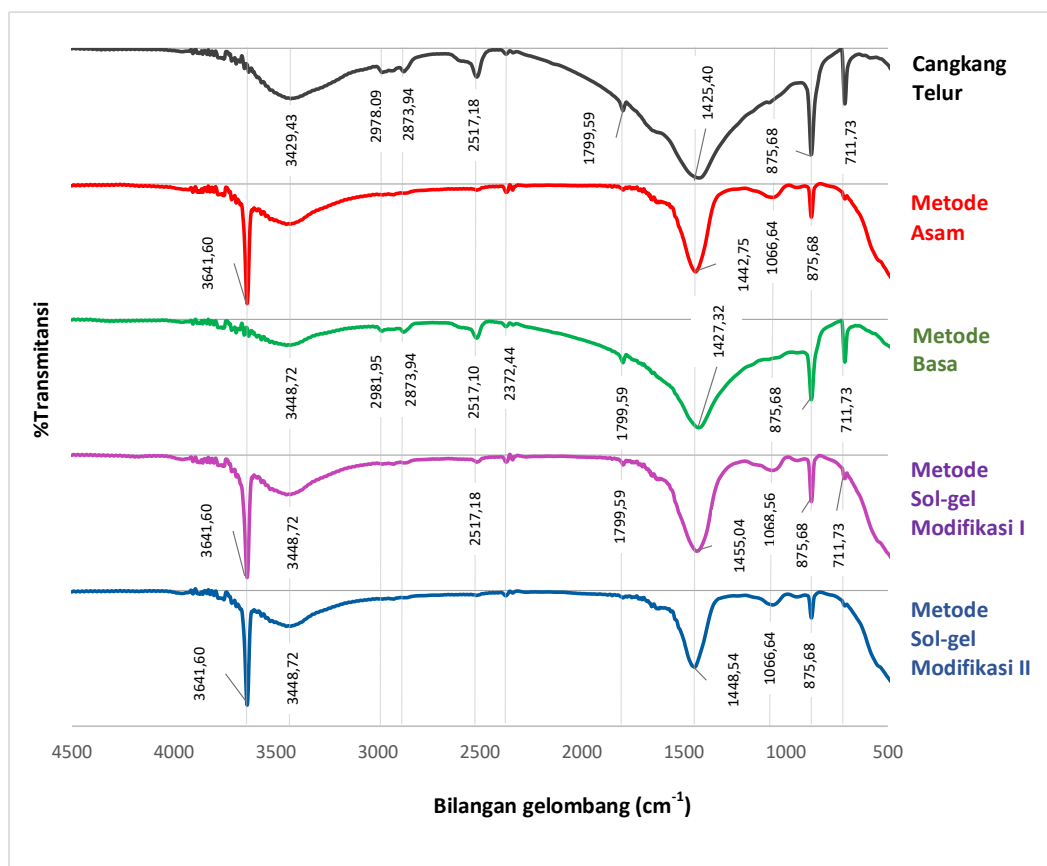
Gambar 1 menunjukkan bahwa dari hasil identifikasi FTIR terdapat pita-pita serapan dari cangkang telur dan senyawa kalsium pada bilangan gelombang tertentu. Selanjutnya pita-pita serapan tersebut dibandingkan dengan literatur yang disajikan pada Tabel 3.

Gambar 1 dan Tabel 3 menunjukkan bahwa senyawa -senyawa kalsium memiliki empat pita penyerapan karakteristik: pita serapan pertama adalah O–H ($3641,60$ dan $3448,72\text{ cm}^{-1}$) yang berasal dari produk $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan H_2O (Sunardi dkk., 2020). Pita serapan kedua dan ketiga adalah C=O ($2981,95\text{--}1799\text{ cm}^{-1}$) dan C–O ($1448,54\text{--}874,68\text{ cm}^{-1}$) yang keduanya berasal dari ion karbonat (CO_3^{2-}) pada CaCO_3 baik dari cangkang telur maupun senyawa kalsium yang dihasilkan (Habte et al., 2019). Pada metode hidrolisis basa, penambahan volume NaOH yang terlalu sedikit menyebabkan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang terbentuk hanya sedikit tetapi masih banyak mengandung CaCO_3 . Pita serapan keempat adalah Ca–O ($711,73\text{ cm}^{-1}$) berasal dari produk CaO (Habte et al., 2019). Menurut penelitian Haryono dkk. (2018) CaO mulai terbentuk dan tercapai suhu kesetimbangan pada suhu 850°C hingga 900°C selama 8 jam sedangkan hasil penelitian Habte et al. (2019) proses kalsinasi dilakukan pada suhu 900°C selama 1 jam. Pada metode sol-gel modifikasi I dan modifikasi II, suhu kalsinasi yang digunakan 600°C sehingga pembentukan CaO

belum optimal. Hal ini dapat dilihat pada pita serapan Ca–O yang hanya terdapat pada senyawa kalsium hasil metode basa dan metode sol-gel modifikasi I dengan serapan yang rendah.

Secara keseluruhan berdasarkan pita-pita serapan dari FTIR dapat disebutkan

bahwa senyawa-senyawa kalsium yang terbentuk banyak mengandung CaCO_3 , Ca(OH)_2 dan CaO . Volume reaktan, suhu dan waktu hidrolisis serta suhu kalsinasi sangat mempengaruhi keberhasilan pembentukan jenis dan jumlah senyawa-senyawa kalsium.



Gambar 1. Spektrum FTIR cangkang telur, senyawa kalsium hasil metode kopresipitasi dan sol-gel

Tabel 3. Perbandingan spektra FTIR antara senyawa kalsium dan cangkang telur dengan literatur

Keterangan	Bilangan gelombang (cm^{-1})									
	O–H	Ion karbonat (C=O)					C–O	Ca–O		
Habte et al., 2019	3639,02	-	-	-	-	-	1444,42	1064,51	863,95	512
Sunardi dkk., 2020	-	3421,87	-	-	-	-	1477,54	1053,1	863,68	512
Cangkang Telur Ayam	-	3429,43	2978,09	2873,94	2517,18	1799,59	1425,4	-	875,68	711,73
Metode Asam	3641,6	-	-	-	-	-	1442,75	1066,64	875,68	-
Metode Basa	-	3448,72	2981,95	2873,94	2517,1	1799,59	1427,32	-	875,68	711,73
Metode Sol-gel Modifikasi I	3641,6	3448,72	-	-	2517,18	1799,59	1435,04	1068,56	875,68	711,73
Metode Sol-gel Modifikasi II	3641,6	3448,72	-	-	-	-	1448,54	1064,71	875,68	-

KESIMPULAN

Senyawa-senyawa kalsium seperti CaCO_3 , Ca(OH)_2 , dan CaO dapat diperoleh dari cangkang telur ayam dengan metode kopresipitasi (hidrolisis asam dan basa) dan metode sol-gel (modifikasi I dan modifikasi II). Metode sol-gel modifikasi II memiliki karakter kimia yang lebih baik dibandingkan dengan metode lainnya yang ditunjukkan dengan kadar kalsium yang paling tinggi dengan bentuk yang lebih halus dan putih. Analisis spektra FTIR menunjukkan bahwa senyawa-senyawa kalsium yang terbentuk banyak mengandung CaCO_3 , Ca(OH)_2 , dan CaO .

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada civitas academica Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung yang telah memberikan fasilitas laboratorium, peralatan dan bahan kimia dalam menunjang penelitian ini..

DAFTAR PUSTAKA

- Batool, A., & Valiyaveetil, S. (2020). Coprecipitation—An Efficient Method for Removal of Polymer Nanoparticles from Water. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 8(35), 13481–13487. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c04511>
- Bokov, D., Turki Jalil, A., Chupradit, S., Suksatan, W., Javed Ansari, M., Shewael, I. H., Valiev, G. H., & Kianfar, E. (2021). Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021, 1–21. <https://doi.org/10.1155/2021/5102014>
- Habte, L., Shiferaw, N., Mulatu, D., Thenepalli, T., Chilakala, R., & Ahn, J. W. (2019). Synthesis of Nano-Calcium Oxide from Waste Eggshell by Sol-Gel Method.

Sustainability, 11(11), 3196. <https://doi.org/10.3390/su11113196>

- Haryono, H., Natanael, C. L., Rukiah, R., & Yulianti, Y. B. (2018). Kalsium Oksida Mikropartikel dari Cangkang Telur Sebagai Katalis Pada Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, 8(01), 8–15. <https://doi.org/10.24198/jmei.v8i01.17865>
- Hemung, B.-O. (2013). Properties of Tilapia Bone Powder and Its Calcium Bioavailability Based on Transglutaminase Assay. *International Journal of Bioscience, Biochemistry, and Bioinformatics*, 3(4), 306–309. <https://doi.org/10.7763/IJBBB.2013.V3.219>
- Parashar, M., Shukla, V. K., & Singh, R. (2020). Metal oxides nanoparticles via sol-gel method: A review on synthesis, characterization and applications. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(5), 3729–3749. <https://doi.org/10.1007/s10854-020-02994-8>
- Puspawati, N. M., & Simpen, I. N. (2010). Optimasi Deasetilasi Khitin Dari Kulit Udang dan Cangkang Kepiting Limbah Restoran Seafood Menjadi Khitosan Melalui Variasi Konsentrasi NaOH. *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)*, 4(1), 79–90.
- Sunardi, S., Krismawati, E. D., & Mahayana, A. (2020). Sintesis dan Karakterisasi Nanokalsium Oksida dari Cangkang Telur. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 16(2), 250–259. <https://doi.org/10.20961/alchemistry.16.2.40527.250-259>
- Wang, X. (2020). *Preparation, synthesis and application of sol-gel method*. Faculté des Sciences Montpellier, France.