

## Sintesa dan Karakterisasi Nanopartikel Kalsium Oksida Dari Cangkang Telur Dengan Metode Presipitasi

Eflina Anggelina, Fara Zabrina Noviardyanti, Caecilia Pujiastuti\*, Srie Muljani, Ketut Sumada

Program Studi Teknik Kimia Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur  
Jalan Raya Rungkut Madya No.1 Gunung Anyar, Surabaya, Jawa Timur, 60249, Indonesia \* Penulis  
Korespondensi: E-mail: caecilia.tk@upnjatim.ac.id

### Abstrak

Penelitian ini berfokus pada pengembangan metode pembuatan nanopartikel kalsium oksida dari cangkang telur. Cangkang telur mengandung kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) 98%. Cangkang telur dihaluskan berukuran 100 mesh. Setiap 50 gram cangkang telur direaksikan dengan larutan HCl konsentrasi 3N 250 ml. Filtrat larutan  $\text{CaCl}_2$  direaksikan dengan kalium oksida (KOH) berkonsentrasi 3N sesuai variabel pH (7,9,11 dan 13) lalu diaduk dengan kecepatan magnetic stirrer 90 rpm selama waktu sesuai variabel waktu (30, 60, 90, 120 dan 150 menit) akan membentuk endapan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Endapan akan disaring lalu dikeringkan dengan oven bersuhu  $100^\circ\text{C}$  selama 15 menit. Endapan tersebut diproses dalam tungku pembakaran dengan suhu  $700^\circ\text{C}$  selama 3 jam untuk menghilangkan kandungan gas hidrogen ( $\text{H}_2$ ). Hasil sintesa kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) kemudian diuji XRF dan SEM-EDX untuk mengetahui kondisi operasi terbaik dan kesesuaian karakteristik nanopartikel. Hasil uji XRF didapatkan senyawa kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) berwarna putih pucat mengandung kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) terbaik sebesar 93,3% diperoleh dari variabel pH 13 dan waktu pengadukan selama 90 menit. Hasil SEM-EDX menunjukkan sintesa nanopartikel kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) sebesar rata-rata 200 mesh sesuai dengan Badan Standarisasi Nasional yaitu dibawah 100 mesh.

**Kata kunci:** sintesa; kalsium oksida; cangkang telur; nanopartikel; presipitasi

## Synthesis and Characteristic Nanoparticles Calcium Oxide From Eggshell With Precipitation Methode

### Abstract

This study focuses on developing a method for making calcium oxide nanoparticles from egg shells. Egg shells contain 98% calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ). The egg shells are ground to 100 mesh size. Every 50 grams of egg shell is reacted with 250 ml of 3N HCl solution. The filtrate of the  $\text{CaCl}_2$  solution is reacted with potassium oxide (KOH) with a concentration of 3N according to the pH variables (5,7,9,11 and 13) then stirred with a magnetic stirrer speed of 90 rpm for a time according to the time variables (30, 60, 90, 120 and 150 minutes). forming  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  precipitates. The precipitate will be filtered and then dried in an oven at  $100^\circ\text{C}$  for 15 minutes. The precipitate was processed in a furnace at a temperature of  $700^\circ\text{C}$  for 3 hours to remove the hydrogen gas ( $\text{H}_2$ ) content. The calcium oxide ( $\text{CaO}$ ) synthesis results were then tested by XRF and SEM-EDX to determine the best operating conditions and suitability of the nanoparticle characteristics. The XRF test results showed that the pale white calcium oxide ( $\text{CaO}$ ) compound contained the best calcium oxide ( $\text{CaO}$ ) of 93.3% obtained from a pH variable of 13 and a stirring time of 90 minutes. SEM-EDX results show the synthesis of calcium oxide ( $\text{CaO}$ ) nanoparticles with an average of 200 mesh in accordance with the National Standardization Agency, namely under 100 mesh.

**Key words:** synthesis; calcium oxide; eggshell; nanoparticles; precipitation

### PENDAHULUAN

Indonesia mempunyai potensi limbah cangkang telur yang sangat besar, yaitu sebanyak 178.566,33 ton yang dihasilkan setiap tahunnya. Meskipun cangkang telur mengandung

94% kalsium karbonat, 1% kalium fosfat, dan 1% magnesium karbonat, namun cangkang telur seringkali dianggap sebagai limbah yang tidak berguna (Budi, 2018). Limbah ini kaya akan  $\text{CaCO}_3$  dan dapat diubah menjadi kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) yang mempunyai nilai ekonomi tinggi. Ketika biodiesel

diproduksi dari minyak bumi dengan menggunakan kulit telur sebagai katalis, ion oksigen (O<sup>2-</sup>) pada permukaan CaO membentuk ikatan hidrogen dengan gliserin, sehingga meningkatkan viskositas gliserin dan menciptakan keadaan tersuspensi.

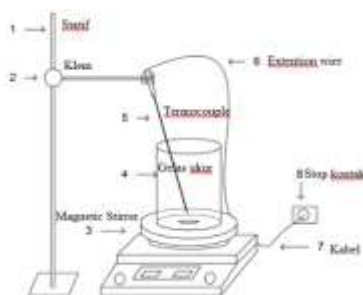
Kalsium oksida dihasilkan dari cangkang telur bebek dengan metode titrasi dengan mengubah wujud cangkang telur dari butir telur menjadi lebih tinggi (Azis, 2018). Penelitian lebih lanjut telah dilakukan untuk menghasilkan kalsium oksida dari cangkang telur puyuh dengan menggunakan metode kalsinasi. Kalsium oksida terbaik dihasilkan dengan kalsinasi pada suhu 700 °C selama 2 jam (Simbolon 2019). Dalam penelitian lain yang dilakukan, bahan baku berbeda digunakan untuk kulit ale dan metode yang digunakan adalah pirolisis. Hasil terbaik dicapai. Artinya, kandungan CaO yang terbentuk sebesar 87,39% (Maishyarah, 2019). Penelitian dilakukan dengan kalsinasi pada suhu 700 °C dan berhasil mengubah senyawa CaCO<sub>3</sub> dalam sampel menjadi CaO. Hilangnya senyawa organik ditunjukkan dengan berkurangnya massa serbuk sampel setelah kalsinasi (Nika, 2019). Kajian produksi kalsium oksida dari cangkang telur ayam broiler (*Gallus domesticus*) dengan menggunakan asam kuat dan waktu ekstraksi yang bervariasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl maka rendemen semakin tinggi, dan waktu ekstraksi tidak mempengaruhi konsentrasi kalsium oksida yang dihasilkan (Sunardi, 2021). Ukuran nanopartikel terkecil diperoleh pada kecepatan pengadukan 90 rpm (Rosalina, 2022). Adapun tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh derajat keasaman dan waktu presipitasi terbaik terhadap Kalsium Oksida yang dihasilkan.

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Pada penelitian ini, bahan-bahan yang digunakan adalah cangkang telur dari Kecamatan Rungkut, Surabaya. Kemudian bahan-bahan penunjang lainnya seperti asam klorida (HCl) 37% SAP Chemical, Kalium Hidroksida SAP Chemical 3N dan aquadest.

### Alat



Gambar 1. Rangkaian Alat Presipitasi

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *magnetic stirrer* dan *beaker glass* sebagai tempat prosesnya presipitasi.

### Prosedur

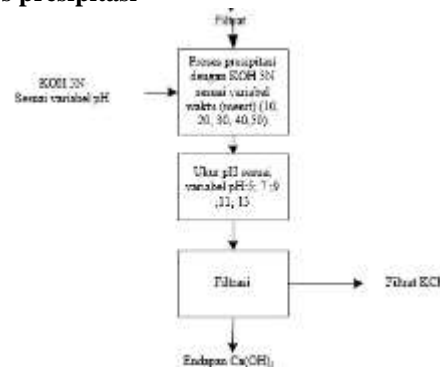
#### Analisa kandungan komposisi pada cangkang telur

Langkah awal adalah menghancurkan cangkang telur menjadi serbuk berukuran 100 mesh. Setelah itu, menimbang sampel 10 gram untuk diuji SEM-EDX (Scanning Electron Microscop Energy Dispersive X-Ray).

#### Proses ekstraksi

Cangkang telur yang sudah menjadi bubuk 100 mesh dilarutkan dengan 250 mL HCl 3N dalam beaker glass dengan kecepatan pengadukan 90 rpm. Setelah itu, dilakukan filtrasi dengan kertas saring. Filtrat yang didapatkan dipresipitasi dan endapannya dibuang.

#### Proses presipitasi



Gambar 2. Alur proses presipitasi

Filtrat yang diperoleh kemudian di presipitasi dengan larutan KOH 3N secara perlahan. Lalu larutan diukur derajat keasaman dengan pH indikator sesuai variable yaitu 5; 7; 9; 11 dan 13. Selanjutnya dilakukan filtrasi sesuai variabel waktu yaitu 30 menit ; 60 menit; 90 menit; 120 menit dan 150 menit. Endapan yang diperoleh dicuci hingga pH netral (7). Filtrat yang diperoleh akan disimpan sebagai hasil samping.

#### Proses pengeringan

Endapan Ca(OH)<sub>2</sub> yang telah dinetralisasi kemudian diletakkan diatas loyang untuk dikeringkan. Endapan dikeringkan menggunakan oven bersuhu 100°C selama 1 jam untuk menghilangkan kadar air.

#### Proses kalsinasi dengan furnace

Setelah dilakukan pengeringan menggunakan oven selama 1 jam pada suhu 100°C, endapan Ca(OH)<sub>2</sub> lalu dipindahkan ke cawan porselen dan dikalsinasi dengan suhu 700°C dan

waktu 2 jam. Sampel yang telah dikalsinasi kemudian dianalisis XRF dan SEM-EDX.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini juga akan menggunakan Response Surface Methodology untuk mengetahui pengaruh derajat keasaman dan waktu pengendapan optimum dalam sintesis kalsium oksida (CaO). Variabel yang digunakan adalah derajat keasaman (pH) yaitu; 5;7;9;11;13 dan waktu curah hujan; 30 menit; 60 menit; 90 menit; 120 menit; 150 menit. Kadar kalsium oksida (CaO) yang dihasilkan merupakan parameter penting untuk menentukan kualitas kalsium oksida (CaO) yang dihasilkan. Pengujian kadar kalsium oksida (CaO) dilakukan dengan menggunakan pengujian XRF dan SEM-EDX.

**Tabel 1 Rencana Penelitian**

Tabel 1. Data Rencana Penelitian

Run	Faktor 1 A : pH	Faktor 2 B : waktu (menit)
1	13	150
2	9	90
3	9	90
4	9	5,147
5	13	30
6	5	30
7	5	150
8	3,35	90
9	9	174,853
10	9	90
11	14	90

Pemodelan optimasi kadar kalsium oksida (CaO) dilakukan dengan menggunakan metode RSM (Response Surface Methodology). Optimasi kadar kalsium oksida (CaO) dilakukan dengan menggunakan desain eksperimen CCD (Central Composite Design) untuk mengkaji pengaruh variabel derajat keasaman (pH) (A) dan waktu pengendapan (B) terhadap kadar kalsium oksida (CaO). Kemudian dihasilkan 11 kumpulan data yang akan dioptimasi seperti disajikan pada tabel 2. Tabel 2 berisi kondisi operasi dan hasil kadar kalsium oksida (CaO) cangkang telur yang diperoleh sesuai saran dari software Design Expert 13.

**Tabel 2. Data Rencana Aktual Penelitian**

Tabel 2. Rencana actual penelitian

Run	Faktor 1(A) (pH)	Faktor 2 (B) Waktu (menit)	Response 1 Konsentrasi CaO (%)
1	3,35	90	40,4
2	5	30	41,5
3	5	150	48,5
4	9	5,147	39,2
5	9	90	80,93
6	9	90	83,94
7	9	90	81,39
8	9	174,853	47,1
9	13	30	79,32
10	13	150	80,83
11	14	90	93,3

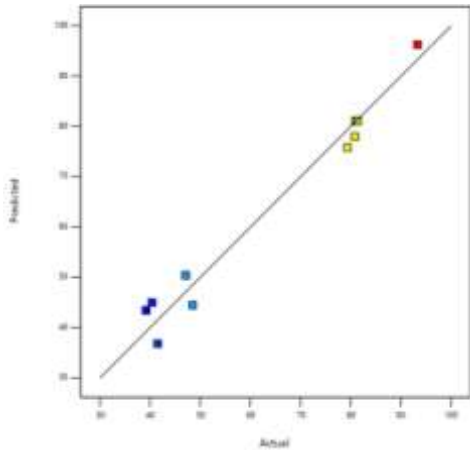
**Tabel 3. Analisis Anova**

Tabel 3. Analisis anova

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value
<b>Model</b>	4430,70	5	886,14	36,17	0,0006
A-derajat keasaman (pH)	2626,74	4	2626,74	107,22	0,0001
B-waktu Presipitasi	48,42	1	48,42	1,98	0,2187
AB	7,54	1	7,54	0,3076	0,6031
A <sup>2</sup>	185,67	1	185,67	7,58	0,0402
B <sup>2</sup>	1746,05	1	1746,05	71,27	0,0004
<b>Residual</b>	122,49	5	24,50		
Lack of Fit	117,23	3	39,08	14,86	0,0637
Pure error	5,26	2	2,63		
<b>Cor Total</b>	4533,19	10			

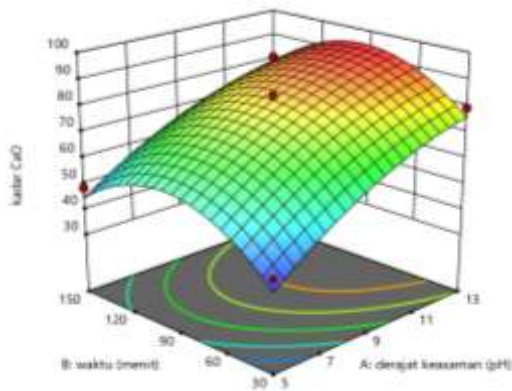
Nilai Model F sebesar 36,17 mengimplementasikan model ini secara signifikan. Hanya terdapat kemungkinan sebesar 0,06% nilai F sebesar 36,17 dapat terjadi karena adanya gangguan yang tidak dapat diatasi (noise). Nilai P yang kurang dari 0,0500 menunjukkan model signifikan. Dalam hal ini B, A2, B2 adalah istilah model penting. Nilai yang lebih besar dari 0,1000 menunjukkan ketentuan model tidak signifikan. Apabila terdapat ketentuan model yang tidak signifikan maka reduksi model dapat memperbaiki model perhitungan optimasi yang dilakukan. Nilai F ketidaksesuaian sebesar 14,86 yang berarti ketidaksesuaian tidak signifikan

dibandingkan dengan kesalahan murni. Terdapat kemungkinan sebesar 6,37% ketidaksesuaian nilai F terjadi karena adanya noise. Kurangnya kecocokan yang tidak signifikan merupakan hal yang baik untuk menciptakan model kecocokan yang baik.



**Gambar 3.** Grafik Perbandingan Kadar Kalsium Oksida Secara *Predicted* dan *Actual*

Faktor yang dominan pada penelitian ini dipengaruhi oleh derajat keasaman proses pengendapan dan waktu pengendapan terhadap kadar kalsium oksida (CaO) yang dihasilkan dari sintesis cangkang telur selama proses pengendapan. Hubungan derajat keasaman presipitasi dan waktu presipitasi terhadap kadar kalsium oksida (CaO) dalam bentuk desain ruang 3 dimensi disajikan pada Gambar 2.

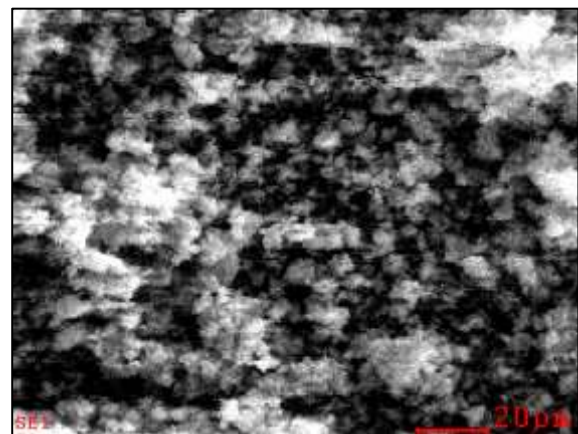


**Gambar 4.** Hubungan Derajat Keasaman Presipitasi dan Waktu Presipitasi Terhadap Kadar Kalsium Oksida (CaO)

Gambar 4 menunjukkan pengaruh derajat keasaman dan waktu presipitasi terhadap kadar kalsium oksida (CaO). Semakin tinggi derajat keasaman dan semakin lama waktu presipitasi sebagai variabel akan membuat kadar kalsium oksida (CaO) yang dihasilkan semakin tinggi sampai mencapai kondisi tertinggi yaitu derajat keasaman (pH) 14 dan waktu

presipitasi 90 menit dengan kadar kalsium oksida (CaO) yang didapatkan sebesar 93,3%. Pada gambar 1 diatas, apabila berada pada zona biru maka hasilnya tergolong kecil sedangkan kadar kalsium oksida (CaO) yang berada zona merah maka hasilnya tergolong besar. Apabila terdapat beberapa titik di zona warna yang sama menunjukkan tidak adanya penambahan kadar kalsium oksida (CaO) yang signifikan. Dengan demikian, untuk setiap titik respon kadar kalsium oksida (CaO) yang didapatkan diharapkan berada pada zona warna yang berdekatan agar mencapai kondisi optimal. Untuk mendapat kondisi optimal maka diperlukan optimasi sesuai yang disarankan oleh *Software Design Expert 13* untuk mendapatkan kadar kalsium oksida (CaO) optimal

Berdasarkan hasil uji analisis karakteristik nanokalsium oksida dari sintesis cangkang telur menggunakan SEM-EDX yang didapatkan hasil berupa ukuran partikel nanokalsium dan % komposisi yang ditunjukkan sebagai berikut



**Gambar 5.** Uji SEM-EDX Perbesaran 2500 Kali

Hasil data Analisa SEM diatas menunjukkan bahwa nanokalsium oksida dari cangkang telur pada pH 14 dan waktu presipitasi 90 menit diperoleh ukuran nanopartikel dengan range 200-500 nm. Ukuran partikel nanokalsium oksida cangkang telur berbeda-beda dimana hal ini menunjukkan adanya ketidak seragaman ukuran partikel. Kondisi ini disebabkan karena adanya transformasi kristal yang terjadi dan juga tidak adanya *pretreatment* bahan baku seperti screening lebih besar dari 100 mesh Berdasarkan analisis ANOVA, persamaan bentuk design (1) dan aktual (2) dapat disajikan sebagai berikut:

$$Y = 82,09 + 18,12A + 2,46B - 1,37AB - 5,73A^2 - 17,58B^2$$

**Persamaan 1. Persamaan Design**

$$Y = -35,59855 + (11,4954 \times \text{pH}) + (0,97167 \times \text{kali}) - (0,005719 \times \text{pH} \times \text{kali}) - (0,3583 \times \text{pH}^2) - (0,00488 \times \text{kali}^2)$$

## Persamaan 2. Persamaan Aktual

Keakuratan antara hasil tersebut ditunjukkan pada gambar 3.

## SIMPULAN

Kadar nanokalsium oksida terbaik diperoleh sebesar 93,3% dengan kondisi operasi derajat keasaman 14 dan waktu presipitasi 90 menit. Berdasarkan uji SEM-EDX ukuran nanokalsium oksida diperoleh 200-500 nm dan unsur dominan CaK dan OK.

## DAFTAR PUSTAKA

- Amrullah, A & Arif, M. (2023) 'Pengaruh Lama Waktu Pengadukan Pada Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Presipitasi Untuk Aplikasi Biomaterial', *Jurnal Teknik Mesin*, 11(2), pp. 149-154. <http://dx.doi.org/10.22487/j24775398.2017.v3.i3.9329>
- Apriani, R. (2013) 'Pengaruh Konsentrasi Aktivator Kalium Hidroksida (KOH) terhadap Kualitas Karbon Aktif Kulit Durian Sebagai Adsorben Logam Fe pada Air Gambut', *Jurnal Kimia*, 1(2), pp. 82-90. <http://dx.doi.org/10.26418/pf.v1i2.2931>
- Astuti, D. (2019) 'Pembuatan Nanosuspensi Kalsium Oksida (CaO) dari Cangkang Telur Ayam (*Gallus gallus domesticus*) Sebagai Antibakteri Menggunakan Penstabil Carboxy Methyl Cellulosa (CMC) Dengan Metode Sonifikasi', *Jurnal Penelitian*, 1(1), pp. 1-6. <http://localhost:8080/xmlui/handle/123456789/2702>
- Azis, M. dkk. (2018) 'Eksplorasi Kadar Kalsium (Ca) Dalam Limbah Cangkang Kulit Telur Bebek Dan Burung Puyuh Menggunakan Metode Titrasi Dan AAS', *Jurnal Kimia*, 5(2), pp. 74-77. <https://doi.org/10.15575/ak.v5i2.3834>
- Budi, U. (2018) 'Penambahan Tepung Cangkang Telur Ayam Ras pada Ransum terhadap Fertilitas, Daya Tetas, dan Moralitas Burung Puyuh', *Jurnal Agribisnis Peternakan*, 4(3), pp. 11-16. <https://doi.org/10.36378/jac.v3i1.1374>
- Gao, H. (2018) 'Effect of Nanometer Pearl Power on Calcium Absorption and Utilization in Rats', *Journal of Food Chemistry*, 1(3), pp. 493-498. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.12.052>
- Handoko, C. (2013) 'Penggunaan Metode Presipitasi Untuk Menurunkan Kadar Cu dalam Limbah Cair Industri Perak di Kotagede', *Jurnal Penelitian Saintek*, 18(2), pp. 31-38. <https://doi.org/10.33394/hjkk.v6i1.1601>
- Iswarani, W & Warmadewanthi, I. (2018) 'Recovery Fosfat dan Amonium Menggunakan Teknik Presipitasi *Struvite*', *Jurnal Teknik ITS*, 7(1), pp. 2337-3520. <https://dx.doi.org/10.12962/j23373539.v7i1.28939>
- Jamaludin dan Umar, P. (2018) 'Identifikasi Kandungan Unsur Logam Batuan Menggunakan Metode Xrf (X-Ray Fluorescence) (Studi Kasus: Kabupaten Buton)', *Jurnal Geoelebes*, 2(2). pp. 47-52. <https://doi.org/10.20956/geoelebes.v2i2.4829>
- Lewis, A. (2017) 'Presipitation of Heavy Metals', *Springer International Publishing*, 1(1), pp. 101-120. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(02\)00149-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(02)00149-5)
- Mubarak, F. (2019) 'Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit Menggunakan Metode Presipitasi dengan Menggunakan Metode Presipitasi dengan Pencampuran Langsung', *Jurnal Teknik Kimia*, 3(1), pp. 1-6. <http://doi.org/1022261/jk.v5i1.5030>
- Nika, J, Anisah, A & Saleh, R. (2019) 'Pemanfaatan Limbah Cangkang Kerang Hijau dengan Variasi Suhu Pembakaran sebagai Bahan Pengganti Sebagian Semen Pada Pembuatan Beton', *Jurnal Pendidikan Teknik Bangunan*, 1(14). pp. 10-17. <https://doi.org/10.21009/jmenara.v14i1.1818>
- Nurmiah, S, Syarief, R, Sukarno, Peranginangin, R dan Nurtama, B. (2013) 'Aplikasi *Response Surface Methodology* Pada Optimalisasi Kondisi Proses Pengolahan *Alkali Treated Cottonii* (ATC), 8(1). pp. 9-22. <http://dx.doi.org/10.15578/jpbkp.v8i1.49>
- Pangestu, T. dkk. (2021) 'Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Fosfat dari Cangkang Bekicot dengan Metode Presipitasi', *Jurnal Teknik Kimia*, 4(2), pp. 82-90. <http://doi.org/10.25273/cheesa.v4i2.8931.82-90>
- Prastowo, P., Destiarti, L., & Zaharah, T. A. (2017). 'Penggunaan Kulit Kerang Darah Sebagai Koagulan Air Gambut', *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 4(6), pp. 65-68. <http://dx.doi.org/10.14203/risetgeotam2017.v23.75>
- Rahma, C, Wiji & Mulyani 2020, 'Model Mental Miskonsepsi Pada Konsep Keseimbangan Kelarutan', *Lantanida Jurnal*, 8(1), pp. 1-95. <http://dx.doi.org/10.22373/lj.v8i1.7108>
- Rosilina, M. dkk. (2022) 'Synthesis and Modification of Nano-Precipitated Calcium Carbonate (PCC) with Addition of Ethylene Glycol', *International Journal of Eco-Innovation in*

Eflina Anggelina, Fara Zabrina Noviardyanti, Caecilia Pujiastuti, Srie Muljani, Ketut Sumada: Sintesa dan karakterisasi nanopartikel kalsium oksida dari cangkang telur dengan metode presipitasi

- Science and Engineering*, 1 (3), pp.35-40.  
<https://doi.org/10.33005/ijeise.v3i01.57>
- Sunardi,S., Erlynda,D.K & Argonto M (2020)  
'Sintesis dan Karakterisasi Nanokalsium Oksida dari Cangkang Telur', *Jurnal Penelitian Kimia*, 6(2), pp. 10-15,  
<https://doi.org/10.18196/jrc.2375>
- Suptijah,P., Agoes, M.J & Nani D. (2012)  
'Karakterisasi dan Bioavailabilitas Nanokalsium Cangkang Udang Vannamei (*Litopenaeus vannamei*)', *Jurnal Akuatika*, 1(3), pp.66-73.  
<http://dx.doi.org/10.29313/v0i0.29977>
- Vogel 1985, *Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Ke-5*, Kalman Media Pustaka, Jakarta