

Sintesis CaTiO_3 Berbasis Limbah Cangkang Telur Bebek Untuk Aplikasi Sel Surya

¹Al Jalali Muhammad, ²Wa Ode Sitti Ilmawati, ³Aslan Ndita

¹ Jurusan Fisika, Univ. Halu Oleo, Kota Kendari

^{2,3} Jurusan Teknik Geofisika, Univ. Halu Oleo, Kota Kendari

¹aljalalimuhammad@uho.ac.id, ²waodesittiilmawati@gmail.com, ³aslanndita@gmail.com

Abstract - Duck's eggshell is one type of organic waste that has not been used optimally. Duck eggshell contain CaCO_3 as a CaO source, so they are potentially processed as CaTiO_3 . In this study we investigate the effect of sintering temperature on morphology and phase of CaTiO_3 . The sintering temperatures were used in this research from 800, 900 and 1000°C for 4 hours. SEM (Scanning Electron Microscopy) analysis show that there was the different of morphology properties to masing-masing samples. Homogeneity of CaTiO_3 particles can be seen from spherical distribution of CaTiO_3 particles, especially at 800°C. In this research was found orthorhombic crystal structure of CaTiO_3 to each sintering temperatures. According to the XRD (X Ray Diffraction) patterns, it can be seen that there was a mirip patterns to masing-masing samples. Each peaks of CaTiO_3 that formed on 2θ (23,329°; 29,960°; 33,152°; 40,990°; 47,568°; and 49,211°) have the growth orientations respectively are (400), (510), (440), (444), (800), and (820). Particle size at sintering temperature of 800, 900 and 1000°C respectively are 43,60438 nm, 33,43218 nm, and 29,35699 nm). The results of UV-Vis (Ultra Violet-Visible) analysis show that the lowest gap energy of CaTiO_3 was obtained at 800 °C heating, which was 2.96 eV.

Keywords — CaTiO_3 , Sintering Temperatures, SEM, XRD

Abstrak— Cangkang telur bebek merupakan salah satu jenis limbah organik yang belum dimanfaatkan secara optimal. Cangkang telur bebek mengandung CaCO_3 sebagai sumber CaO, sehingga berpotensi diolah menjadi CaTiO_3 . Pada kajian ini kami mengamati pengaruh temperatur terhadap struktur morfologi dan fasa CaTiO_3 . Temperatur sintering yang digunakan bervariasi pada 800, 900, dan 1000°C selama 4 jam. Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) menunjukkan adanya perbedaan sifat morfologi pada setiap sampel. Homogenitas partikel CaTiO_3 dapat dilihat dari distribusi partikel CaTiO_3 yang berbentuk bola, terutama pada 800°C. Dalam penelitian ini, ditemukan struktur kristal ortorombik CaTiO_3 pada setiap temperatur sintering. Berdasarkan pola XRD (*X Ray Diffraction*), dapat dilihat bahwa terdapat pola yang serupa pada setiap sampel. Setiap puncak CaTiO_3 yang terbentuk pada 2θ (23,329°; 29,960°; 33,152°; 40,990°; 47,568°; dan 49,211°) memiliki orientasi

pertumbuhan masing-masing (400), (510), (440), (444), (800), dan (820). Ukuran partikel pada temperatur sintering 800, 900, dan 1000°C masing-masing adalah 43,60438 nm, 33,43218 nm, dan 29,35699 nm. Hasil analisis UV-Vis (*Ultra-Violet Visible*) menunjukkan bahwa energi gap terendah CaTiO_3 diperoleh pada pemanasan 800 °C yaitu sebesar 2.96 eV.

Kata Kunci— CaTiO_3 , Temperatur Sintering, SEM, XRD, UV-Vis

I. Pendahuluan

CaTiO_3 atau kalsium titanat adalah material perovskit dengan rumus ABX_3 . Pada strukturnya, ion A terletak di bagian kubus-oktahedral, ion B di posisi oktahedral, dan X berperan sebagai ion halide [1]. CaTiO_3 memiliki sifat unggul seperti stabilitas kimia, optik, ferroelektrik, konstan dielektrik tinggi, biaya rendah, kerugian dielektrik moderat, dan sifat ramah lingkungan [2], [3]. CaTiO_3 telah digunakan dalam berbagai aplikasi termasuk optik, elektronik, katalitik, dan biologi. CaTiO_3 sangat menarik untuk diteliti karena sifat semikonduktor, ferroelektrik, listrik, dan optiknya. Selain itu, sebagian besar penelitian fokus pada sifat optiknya untuk aplikasi sel surya [4]. Selain meneliti sifat CaTiO_3 , banyak peneliti telah melaporkan metode sintesis partikel CaTiO_3 . Metode sintesis partikel CaTiO_3 meliputi sintesis mekanokimia, dekomposisi termal, penggilingan bola berenergi tinggi, ko-presipitasi kimia, *alloy* mekanik, hidrotermal, dan metode mikrowave [2].

Baru-baru ini, metode baru untuk sintesis material CaTiO_3 dilaporkan. Reaksi padat pada temperatur tinggi merupakan solusi baru untuk sintesis CaTiO_3 dari bahan padat. Metode ini dilakukan dengan metode ball milling. Menurut metode reaksi padat, para peneliti mensintesis CaTiO_3 menggunakan campuran kalsium karbonat (CaCO_3), kalsium oksida (CaO), dan titanium oksida (TiO_2) [5], [6], [7], [8]. Peneliti lain meneliti sifat struktural, morfologis, dielektrik, listrik, dan optik. Untuk sifat optik, mereka menemukan energi celah pita CaTiO_3 dalam rentang 3,4 – 3,9 eV [9], [10].

Beberapa peneliti melaporkan bahan alami sebagai sumber CaCO_3 atau CaO, seperti cangkang telur bebek untuk menghasilkan CaTiO_3 melalui reaksi padat dengan TiO_2 [1], [11]. Penggunaan cangkang telur bebek sebagai sumber

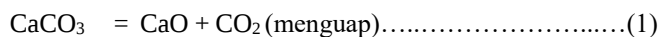
CaCO₃ atau CaO merupakan alternatif bahan untuk mengatasi keterbatasan pasokan CaO atau CaCO₃ komersial. Cangkang telur dan cangkang hewan lainnya diketahui memiliki kandungan kalsium yang tinggi, yang dapat dimanfaatkan untuk mensintesis bahan fungsional berbasis senyawa kalsium. Ketersediaan cangkang sangat melimpah dan mudah diperoleh, bahkan hanya sebagai limbah yang belum dimanfaatkan [11]. Komposisi utama cangkang telur adalah CaCO₃ sebesar 94% dari berat total cangkang, fosfat kalsium (1%), bahan organik (4%), dan karbonat magnesium (1%) [12]. Efek sintering pada temperatur tinggi terlihat pada sifat optik CaTiO₃ yang berbeda dengan sumber CaCO₃ dari cangkang telur bebek [4], [11]. Sintesis CaTiO₃ dari limbah telur bebek sudah lama ditinggalkan. Namun, baru-baru ini terdapat laporan pembuatan CaTiO₃ sebagai bahan dielektrik. Pada penelitian ini laporan dibatasi pada bentuk morfologi CaTiO₃. Tidak terdapat laporan mengenai energi gap CaTiO₃ [13]. Laporan tersebut menginisiasi peneliti untuk Kembali mengkaji pembuatan CaTiO₃ berbasis limbah lokal.

Penelitian ini menggunakan cangkang telur bebek sebagai sumber CaO. Partikel CaO dihasilkan dengan memanfaatkan CaCO₃ dari limbah cangkang telur bebek. Dengan memanfaatkan bahan baku dari limbah cangkang telur, biaya sintesis CaTiO₃ dapat dikurangi. Penggunaan cangkang telur sebagai bahan baku untuk mensintesis CaTiO₃ didasarkan pada kandungan kalsium dalam cangkang telur dan ketersediaannya yang melimpah [11]. Dengan memanaskan CaCO₃, kita dapat menghasilkan CaO sebagai sumber sampel. Campuran CaO dan TiO₂ direaksikan untuk membentuk CaTiO₃.

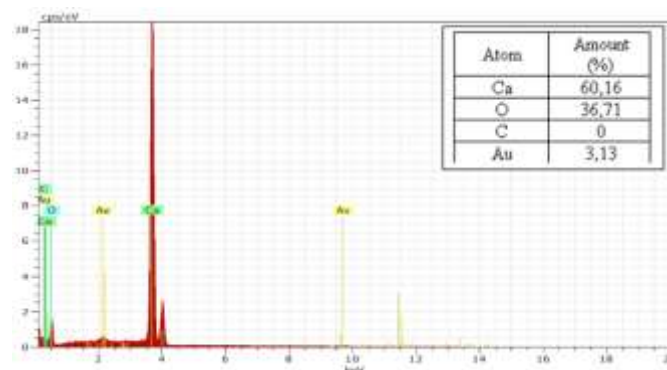
II. Metode Penelitian

A. Pembuatan Kalsium Oksida (CaO) dari CaCO₃ dari Cangkang Telur Bebek

Cangkang telur bebek yang diperoleh dari limbah terlebih dahulu dicuci hingga bersih, kemudian dikeringkan. Setelah itu, cangkang yang sudah bersih dipanaskan pada temperatur 130°C selama 3 jam untuk memperoleh kalsium karbonat (CaCO₃) murni. Selanjutnya, CaCO₃ murni tersebut digiling hingga berbentuk serbuk dengan ukuran 200 mesh. Serbuk yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada temperatur 900°C selama 4 jam sehingga terbentuk kalsium oksida (CaO). Pada tahap ini terjadi pelepasan CO₂ mengikuti persamaan 1.



Gambar 1 memperlihatkan hasil analisis EDX CaO yang diperoleh pada tahap ini. Terlihat bahwa kandungan Ca, O dan C secara berturut-turut adalah 60,16; 36,71; dan 0%. Dari hasil ini terdeteksi kandungan Au. Kandungan Au dikonfirmasi berasal dari coating sampel sebelum karakterisasi menggunakan alat SEM/EDX.



Gambar 1. Hasil analisis EDX CaO yang diperoleh dari pemanasan CaCO₃ pada temperatur 900°C selama 4 jam.

B. Sintesis Material CaTiO₃

Serbuk CaO yang diperoleh dari cangkang telur bebek direaksikan dengan TiO₂ (Anatase) melalui metode *solid state reaction*. Secara stoikiometri, sebanyak 6.3 gr CaO dicampurkan dengan 8.7 gr TiO₂. Campuran serbuk CaO dan TiO₂ ditambahkan 10 ml etanol, kemudian digiling menggunakan ball mill selama 20 jam. Penggilingan selama 20 J dimaksudkan untuk menjadikan sampel tercampur secara merata. Setelah itu, campuran dikeringkan pada temperatur 100°C selama 1 lalu disinter menggunakan pemanasan konvensional pada temperatur 800, 900, dan 1000°C selama 4 jam. Reaksi pembentukan CaTiO₃ mengikuti persamaan 2. CaTiO₃ kemudian dianalisis menggunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscopy*), XRD (*X Ray Diffraction*) dan UV-Vis (*Ultra Violet-Visible*).



Diagram alir sintesis CaTiO₃ dapat dilihat pada diagram 1.

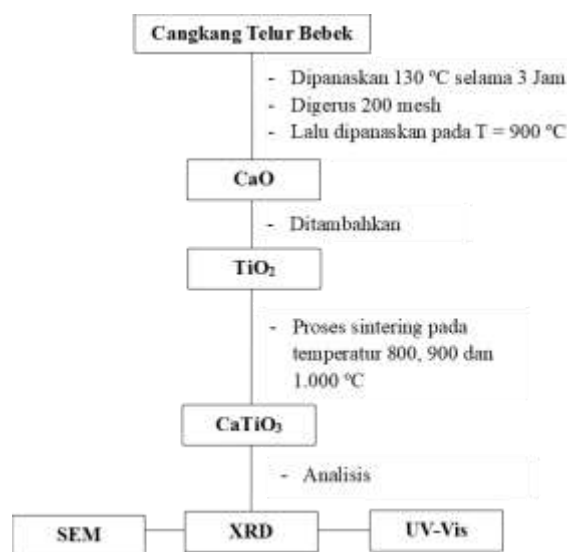
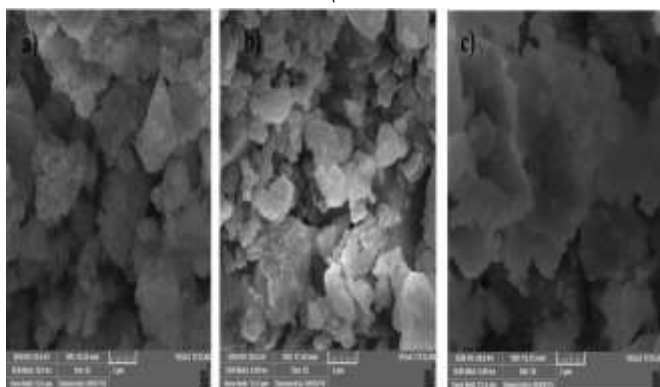


Diagram 1. Diagram alir sintesis CaTiO₃

III. Hasil dan Pembahasan

A Analisis SEM CaTiO_3



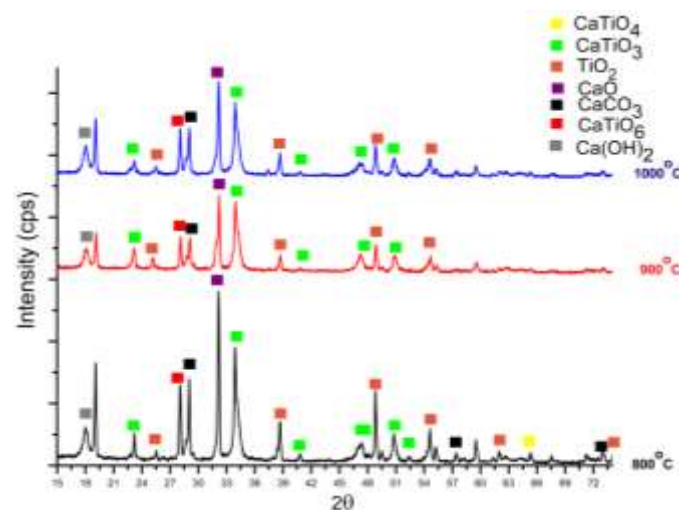
Gambar 2. Bentuk morfologi CaTiO_3 yang dianalisis menggunakan alat SEM; a) Temperatur Sintering 800°C, b) Temperatur Sintering 900°C, c) Temperatur Sintering 1.000°C

Hasil sintering ditunjukkan pada Gambar 2a–2c. Berdasarkan karakterisasi SEM, terlihat bahwa partikel CaTiO_3 yang terbentuk memiliki morfologi berbentuk bulat. Proses sintering terbukti mampu meningkatkan homogenitas partikel, yang ditunjukkan oleh distribusi partikel CaTiO_3 yang lebih seragam, terutama pada temperatur 800°C. Partikel CaTiO_3 pada temperatur sintering 800°C tampak lebih terbentuk dibandingkan dengan temperatur 900°C dan 1000°C. Hasil ini juga menunjukkan bahwa peningkatan temperatur sintering memberikan pengaruh yang signifikan terhadap luas permukaan partikel. Semakin tinggi temperatur sintering, luas permukaan partikel CaTiO_3 semakin meningkat. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang tinggi, yang pada gilirannya menurunkan ukuran partikel. Selain itu, faktor lain yang menyebabkan mengecilnya ukuran partikel adalah penggunaan CaO yang berasal dari CaCO_3 pada cangkang telur bebek sebagai bahan baku dalam sintesis CaTiO_3 . Pada proses pemanasan, senyawa organik lain yang terdapat dalam cangkang telur bebek menguap, sehingga partikel yang terbentuk menjadi lebih kecil dan luas permukaannya meningkat.

B. Hasil Analisis XRD CaTiO_3

Pola difraksi hasil pengukuran dengan X-ray Diffraction (XRD) untuk sampel CaTiO_3 pada temperatur sintering 800, 900, dan 1000°C ditampilkan pada Gambar 3. Berdasarkan hasil tersebut, terlihat bahwa ketiga sampel menunjukkan pola difraksi yang relatif serupa. Pada temperatur sintering 800°C telah terbentuk fase CaTiO_3 dengan struktur kristal ortorombik. Fase ortorombik ini

sesuai dengan hasil penelitian Torimbutun [4], yang juga berhasil mensintesis CaTiO_3 dengan struktur kristal serupa. Adapun parameter kisi dari struktur kristal ortorombik yang diperoleh adalah $a = 0,54043$ nm, $b = 0,54424$ nm, dan $c = 0,76510$ nm. Kristal CaTiO_3 dengan struktur ortorombik juga terbentuk pada temperatur sintering 900°C dan 1000°C. Pada temperatur 900°C, parameter kisi yang diperoleh adalah $a = 0,53809$ nm, $b = 0,54371$ nm, dan $c = 0,76428$ nm. Sementara itu, pada temperatur 1000°C parameter kisi sedikit berubah menjadi $a = 0,53800$ nm, $b = 0,54400$ nm, dan $c = 0,76390$ nm, namun tetap menunjukkan struktur kristal ortorombik (Tabel 1). Puncak difraksi CaTiO_3 terdeteksi pada $2\theta = 23,329^\circ; 29,960^\circ; 33,152^\circ; 40,990^\circ; 47,568^\circ; \text{ dan } 49,211^\circ$, masing-masing berasosiasi dengan bidang kristal (400), (510), (440), (444), (800), dan (820). Pola difraksi ini mengindikasikan bahwa fase CaTiO_3 berhasil terbentuk pada ketiga temperatur sintering, yaitu 800°C, 900°C, dan 1000°C, dengan puncak-puncak yang konsisten pada setiap sampel. Selain puncak utama CaTiO_3 , masih ditemukan sisa reaksi berupa CaO , CaCO_3 , dan TiO_2 . Pada hasil ini terdeteksi struktur kristal Ca(OH)_2 . Kontaminan ini kemungkinan terbentuk akibat reaksi CaO atau CaCO_3 dengan pelarut etanol selama proses persiapan sampel.



Gambar 3. Grafik pola difraksi sampel CaTiO_3 pada temperatur sintering 800, 900 dan 1000°C.

Tabel 1. Parameter kisi dan ukuran kristal CaTiO_3 yang dipanaskan pada temperatur 800, 900 dan 1.000 °C.

T (°C)	Parameter Kisi (nm)			Ukuran Kristal (nm)	Struktur Kristal
	a	b	c		
800	0,54043	0,54424	0,76510	43,60438	Ortorombik
900	0,53809	0,54371	0,76428	33,43218	Ortorombik
1000	0,53800	0,54400	0,76390	29,35699	Ortorombik

Berdasarkan Gambar 3, terlihat adanya penurunan intensitas puncak difraksi pada sampel yang disinter pada temperatur 900°C dan 1000°C. Penurunan intensitas ini

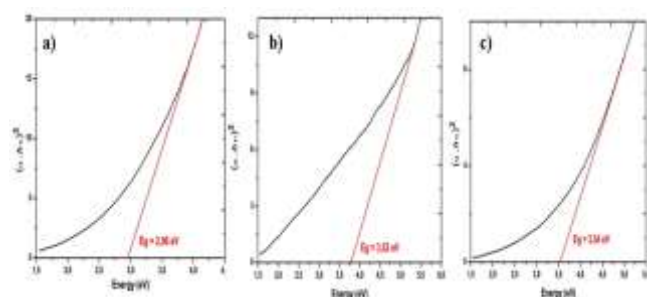
mengindikasikan terjadinya pengurangan ukuran kristal. Dalam penelitian ini, ukuran kristal CaTiO_3 cenderung menurun seiring dengan meningkatnya temperatur sintering. Perhitungan ukuran kristal dilakukan menggunakan Persamaan Scherrer [10], yaitu:

$$D = \frac{\kappa \lambda}{B \cos \theta} \dots \dots \dots (3)$$

Menurut persamaan Scherrer, ukuran kristal pada temperatur sintering 800°C, 900°C, dan 1000°C masing-masing adalah 43,60438 nm, 33,43218 nm, dan 29,35699 nm (Tabel 1). Penurunan ukuran kristal sesuai dengan hasil dari Gambar 2. Ukuran kristal yang lebih kecil disebabkan oleh difusi atom yang menjadi lebih cepat seiring dengan peningkatan temperatur sintering [14]. Selain itu, penurunan ukuran kristal juga diduga disebabkan oleh adanya percepatan laju pertumbuhan inti kristal pada temperatur tinggi, dimana pada temperatur yang semakin tinggi semakin banyak inti kristal yang terbentuk sehingga semakin memperkecil ukuran kristal.

C. Analisis UV-Vis CaTiO_3

Gambar 4 menunjukkan pengukuran energi gap dari sample CaTiO_3 yang telah disinter pada temperatur 800, 900 dan 1.000 °C. Terlihat bahwa nilai energi gap berurutan-turut untuk temperatur sintering 800-1000 °C berturut-turut adalah 2,96; 3,52; Sn 3,54 eV. Terlihat bahwa semakin tinggi temperatur sintering, maka energi gap CaTiO_3 semakin meningkat. Hal ini dikarenakan bahwa semakin tinggi temperatur sintering, maka ukuran partikel akan semakin mengecil yang diakibatkan oleh banyaknya terbentuk inti-inti baru. Hal ini menyebabkan ruang gerak elektron menjadi lebih sempit, hal ini menyebabkan tingginya kebutuhan energi untuk memindahkan elektron dari pita valensi ke pita konduksi.



Gambar 4. Hasil pengukuran energi gap CaTiO_3 yang dilakukan dengan metode tauc plot, a) Temperatur Sintering 800°C, b) Temperatur Sintering 900°C, c) Temperatur Sintering 1.000°C

III. Kesimpulan

Kami telah berhasil mensintesis perovskit berbasis CaTiO_3 dengan memanfaatkan cangkang telur bebek sebagai sumber CaO. Metode reaksi padat berhasil digunakan untuk menghasilkan CaTiO_3 pada temperatur sintering 800°C, 900°C, dan 1000°C. Ukuran partikel CaTiO_3 berkurang seiring dengan peningkatan temperatur sintering. Ukuran partikel pada temperatur sintering 800, 900, dan 1000°C masing-masing adalah 43,60438 nm, 33,43218 nm, dan 29,35699 nm. Energi gap terendah diperoleh pada CaTiO_3 setelah pemanasan 800 °C yaitu 2.96 eV. Berdasarkan hasil ini, CaTiO_3 yang diperoleh termasuk ke dalam kategori semikonduktor yang sangat menjanjikan untuk aplikasi sel surya.

IV. Daftar Pustaka

- [1] S. Cherdchom, T. Rattanaphan, and T. Chanadee, "Calcium Titanate from Food Waste: Combustion Synthesis, Sintering, Characterization, and Properties," *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2019, 2019, doi: 10.1155/2019/9639016.
- [2] C. Karthikeyan, M. Thamima, and S. Karuppuchamy, "Dye removal efficiency of perovskite structured CaTiO_3 nanospheres prepared by microwave assisted method," *Mater. Today Proc.*, vol. 35, no. January, pp. 44–47, 2019, doi: 10.1016/j.matpr.2019.05.421.
- [3] R. Dhillip Kumar and S. Karuppuchamy, "Facile synthesis of honeycomb structured SnO/SnO_2 nanocomposites by microwave irradiation method," *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, vol. 26, no. 9, pp. 6439–6443, 2015, doi: 10.1007/s10854-015-3234-6.
- [4] A. A. A. Torimtubun, A. C. Augusty, E. Maulana, and L. Ernawati, "Affordable and sustainable new generation of solar cells: Calcium titanate (CaTiO_3) - Based perovskite solar cells," *E3S Web Conf.*, vol. 67, pp. 1–6, 2018, doi: 10.1051/e3sconf/20186701010.
- [5] G. Pfaff, "Peroxide route to synthesize strontium titanate powders of different composition," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 9, no. 2, pp. 121–125, 1992, doi: 10.1016/0955-2219(92)90053-G.
- [6] S. Kawrani, M. Boulos, D. Cornu, and M. Bechelany, "From Synthesis to Applications: Copper Calcium Titanate (CCTO) and its Magnetic and Photocatalytic Properties," *ChemistryOpen*, vol. 8, no. 7, pp. 922–950, 2019, doi: 10.1002/open.201900133.
- [7] K. Wieczorek-Ciurowa, P. Dulian, A. Nosal, and J. Domagała, "Effects of reagents' nature on mechanochemical synthesis of calcium titanate," *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 101, no. 2, pp. 471–477, 2010, doi: 10.1007/s10973-010-0802-0.
- [8] S. J. Mousavi, "The effect of sintering time on the

-
- electrical properties of CaTiO₃ ceramics,” *Dig. J. Nanomater. Biostructures*, vol. 9, no. 3, pp. 1059–1063, 2014.
- [9] N. A. Noor, S. M. Alay-e-Abbas, M. Hassan, I. Mahmood, Z. A. Alahmed, and A. H. Reshak, “The under-pressure behaviour of mechanical, electronic and optical properties of calcium titanate and its ground state thermoelectric response,” *Philos. Mag.*, vol. 97, no. 22, pp. 1884–1901, 2017, doi: 10.1080/14786435.2017.1320440.
- [10] K. Manjunath and C. G. Thimmanna, “Studies on Synthesis, Characterization and Applications of Nano CaTiO₃ Powder,” *Curr. Nanomater.*, vol. 1, no. 2, pp. 145–155, 2016, doi: 10.2174/2405461501666160805125748.
- [11] A. Maddu, L. Permatasari, and A. Arif, “Structural and dielectric properties of CaTiO₃ synthesized utilizing Duck’s eggshell as a calcium source,” *J. Ceram. Process. Res.*, vol. 18, no. 2, pp. 146–150, 2017.
- [12] M. Ketta and E. Tůamová, “Eggshell structure, measurements, and quality-affecting factors in laying hens: A review,” *Czech J. Anim. Sci.*, vol. 61, no. 7, pp. 299–309, 2016, doi: 10.17221/46/2015-CJAS.
- [13] H. Zhao, Y. Duan, and X. Sun, “Synthesis and characterization of CaTiO₃ particles with controlled shape and size,” *New J. Chem.*, vol. 37, no. 4, pp. 986–991, 2013, doi: 10.1039/c3nj40974k.
- [14] Kanchana M., and Tawat C., “Calcium Titanate Ceramics Obtained by Combustion Synthesis and Two-Step Sintering,” *Science of Sintering*, vol. 52 (2020), pp. 491-502, doi.org/10.2298/SOS2004491M
- [15] M. Fathur *et al.*, “Produksi Material Magnesium Oksida Menggunakan Proses Elektrolisis Dengan Jembatan Garam Vertikal Dan Variasi,” vol. 13, no. 1, pp. 51–56, 2025.