

**Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Darah dengan Proses Hidrotermal Variasi Suhu dan pH Bona Tua<sup>1)</sup>, Amun Amri<sup>2)</sup>, dan Zultiniar<sup>2)</sup>**

<sup>1)</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia <sup>2)</sup>Dosen Jurusan Teknik Kimia  
Laboratorium Teknik Reaksi Kimia  
Jurusan Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik, Universitas Riau  
Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293  
\*Email : bonaanfield@gmail.com

**ABSTRACT**

*Hydroxyapatite (HAp)  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  is a calcium phosphate compound which is bioactive ceramic material with high bioafinitas. It is one of bones and teeth constituent. In this research, HAp was synthesized by hydrothermal process with pH reaction of 8, 10, 12 and temperature reaction of 130, 150 and 170°C. Samples were characterized by Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The results of FTIR analysis revealed that synthesis of HAp with hydrothermal process showed the formation of hydroxyapatite with the presence of peaks  $PO_4^{3-}$  and OH. The best condition in this research at pH 12 with reaction temperature 170°C.*

**Keywords:** Blood cockle shell, characterization, hydroxyapatite, hydrothermal.

**1. PENDAHULUAN**

Tulang merupakan penopang tubuh manusia. Tulang memiliki kapasitas untuk mengalami pertumbuhan regeneratif. Pada pembentukan tulang, sel-sel tulang keras membentuk senyawa kalsium fosfat dan senyawa kalsium karbonat. Senyawa kalsium fosfat ini yang memberikan sifat keras dalam jaringan tulang. Kristal kalsium fosfat dalam jaringan tulang tersebut dikenal sebagai kristal apatit [Muntamah, 2011].

Pengganti jaringan tulang yang rusak dapat menggunakan biomaterial dengan cara diimplantasikan ke dalam jaringan tulang. Biomaterial merupakan material yang disintesis dari bahan organik. Material yang digunakan sebagai pengganti jaringan tulang adalah hidroksiapatit [Muntamah, 2011].

Hidroksiapatit (HAp),  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ , merupakan mineral utama yang ditemukan dalam tulang dan gigi. Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan menggunakan bahan

kimia murni, bahan alam seperti batu kapur atau biomaterial seperti kulit kerang, terumbu karang, tulang, kulit telur yang mengandung kalsium. Aplikasi utama hidroksiapatit sintesis saat ini adalah sebagai keramik biokompatibel yang dapat berkontak dengan jaringan tulang (*bone tissue*) dan sebagai *coating* (pelapis) pada implan tulang ke dalam tubuh manusia [Muntamah, 2011].

Berdasarkan penelitian Tim Riset *Bioceramics Minifactory* UGM [2010] kebutuhan implan tulang indonesia diperkirakan 10 ton/tahun. Dari angka tersebut menunjukkan bahwa kebutuhan implan tulang di indonesia sangat tinggi.

Pada penelitian ini penulis akan memanfaatkan bahan biomaterial sebagai *raw material* untuk sintesis HAp. Penelitian ini menggunakan kerang darah sebagai sumber kalsium.

## 2. Metode Penelitian

### 2.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah *vessel hydrothermal*, *furnace* dan oven. Juga dibutuhkan alat penghalus dan penyaring untuk mendapatkan cangkang kerang yang homogen dan halus. Alat pendukung penelitian yaitu, gelas ukur, batang pengaduk, erlenmeyer, corong, kertas saring dan kertas indikator pH. Setelah terbentuk Hidroksiapatit akan disaring menggunakan kertas saring dan dikarakterisasi dengan alat FTIR, XRD, SEM.

Bahan utama yang digunakan adalah cangkang kerang darah. Selain itu bahan yang digunakan adalah  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan aquades (Hien dkk., 2010).

### 2.2 Variabel Penelitian

Prosedur penelitian ini menggunakan tiga variabel tetap dan dua variabel berubah. Variabel tetap pada penelitian ini adalah ukuran partikel 200 mesh, waktu hidrotermal 20 jam dan rasio mol Ca/P 1,67. Variabel berubah pada penelitian ini adalah suhu hidrotermal 130, 150, 170 oC dan pH reaksi 8, 10, 12.

### 2.3 Prosedur Penelitian

Kulit kerang darah dibersihkan terlebih dahulu kemudian dikeringkan untuk menghilangkan kadar air. Kulit kerang yang telah kering selanjutnya dihaluskan menggunakan lumpang, lalu diayak menggunakan ayakan 200 mesh.

Cangkang kerang darah telah dihaluskan selanjutnya dikalsinasi didalam *furnace* dengan suhu 900°C selama 2 jam untuk mendapatkan CaO. CaO hasil kalsinasi dianalisa dengan AAS untuk mengetahui kadar CaO.

Tahap sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan CaO dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  dengan variasi suhu hidrotermal 130, 150, 170°C dan variasi

pH reaksi 8, 10, 12. Proses pencampuran ini dilakukan dalam *vessel* hidrotermal dan dipanaskan selama 16 jam di dalam oven.

Tahap pemurnian dilakukan untuk memisahkan hidroksiapatit dari sisa reaktan dengan air sehingga hasil yang didapat lebih murni dan dapat dikarakteristik lebih lanjut. Proses pemurnian ini dilakukan dengan menyaring campuran hidroksiapatit dari sisa reaktan dengan kertas saring. Endapan yang didapat dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C dan ditimbang hingga beratnya konstan.

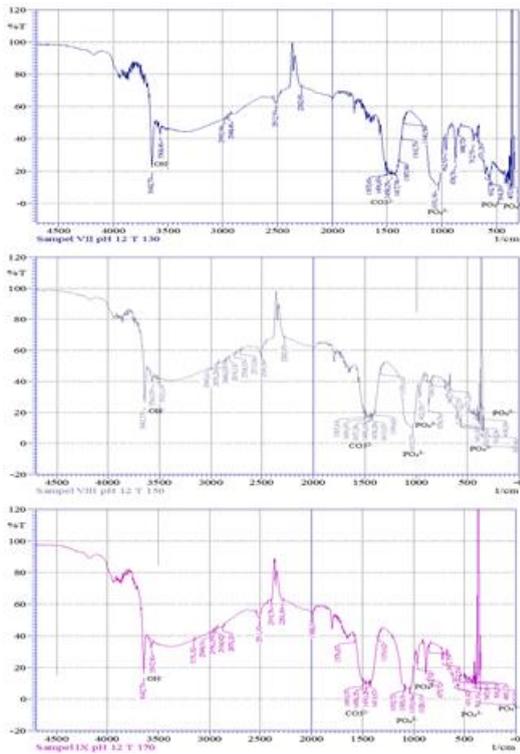
### 2.4 Penafsiran Data

Data yang diperoleh pada analisa sampel baik menggunakan FTIR, XRD, dan SEM-EDX akan dibandingkan dengan hidroksiapatit standar. Penentuan kondisi terbaik sintesis hidroksiapatit akan dilihat berdasarkan karakteristik hasil yang sesuai dengan karakteristik hidroksiapatit standar melalui FTIR, XRD, dan SEM-EDX.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1 Karakterisasi Hidroksiapatit dengan FTIR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi HAp. Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAp komersial yaitu gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 1156-1000  $\text{cm}^{-1}$ , 960  $\text{cm}^{-1}$ , 600-560  $\text{cm}^{-1}$  dan 460  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil (OH) pada bilangan gelombang 3700-2600  $\text{cm}^{-1}$  dan 630  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 1640  $\text{cm}^{-1}$ , 1460  $\text{cm}^{-1}$ , 1450  $\text{cm}^{-1}$ , 1418  $\text{cm}^{-1}$ , 1384  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 875  $\text{cm}^{-1}$  [Cimdina & Natalija, 2012]. Berikut hasil karakterisasi FTIR akan terlihat pada gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Hasil Analisa FTIR pada pH 12 dan suhu 130, 150, 170°C

Adanya gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang merupakan gugus fungsional dari HAp mengindikasikan adanya kandungan HAp pada sampel [Harahap, 2015]. Gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang muncul dengan puncak yang lebih tajam menandakan intensitas absorpsi yang lebih tinggi. Semakin tinggi intensitas absorpsi, semakin banyak kandungan  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$ . [Walendra, 2012]. Semakin tajam puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  mengindikasikan pertumbuhan kristalinitas yang semakin baik, yang artinya HAp yang didapat semakin baik [Harahap, 2015].

Berdasarkan hasil analisa FTIR pada gambar 3.1 menunjukkan bahwa pada pH 12, suhu 170°C memiliki puncak yang lebih tajam dan memiliki gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  yang lebih banyak dari pada sampel pH 12 pada suhu 130 dan 150°C.

Sesuai dengan penelitian Purnama [2006] bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka pembentukan kristal akan semakin meningkat. Pertumbuhan

kristal yang baik ditunjukkan dengan puncak yang tajam pada data hasil analisa FTIR. Hal ini membuktikan bahwa HAp yang didapatkan pada sintesis dengan suhu 170°C lebih baik dari pada sampel yang disintesis pada suhu 130 dan 150°C untuk pH 12.

Hasil perbandingan data FTIR menunjukkan gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  pada pH 12 memiliki puncak yang lebih tajam dari pada pH 10 dan pH 8 yang menandakan semakin banyak kandungan  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$ . Hasil analisa FTIR menunjukkan bahwa semakin meningkatnya pH reaksi, puncak  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang diperoleh semakin tajam.

Dari perbandingan data FTIR diketahui bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka semakin sedikit  $\text{CO}_3^{2-}$  yang terbentuk. Semakin sedikit  $\text{CO}_3^{2-}$  yang terbentuk maka akan semakin banyak HAp yang terbentuk [Suryadi, 2011].

Berdasarkan perbandingan gugus karbonat yang terbentuk dapat disimpulkan bahwa suhu terbaik pada penelitian ini adalah suhu 170°C. Semakin tinggi suhu reaksi, maka semakin sedikit gugus karbonat yang terbentuk. Semakin sedikit karbonat yang terbentuk maka semakin banyak HAp yang terbentuk.

Semakin tinggi pH reaksi maka semakin tajam puncak gelombang sampel. Semakin tajam puncak gelombang semakin tinggi intensitas serapan. Semakin tinggi intensitas serapan menandakan banyaknya gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang terbentuk. Semakin tajam puncak reaksi juga menunjukkan tingkat kristalinitas yang baik. Jadi dapat disimpulkan suhu terbaik pada penelitian ini adalah 170°C dan pH reaksi terbaik pada pH 12.

Hasil analisa FTIR juga menunjukkan adanya pengotor  $\text{CO}_3^{2-}$ . Gugus  $\text{CO}_3^{2-}$  muncul karena pada saat sintesis sampel masih mengandung  $\text{CaCO}_3$  [Suryadi, 2011].

Menurut Suryadi [2011],  $\text{CaCO}_3$  merupakan penghambat dalam pembentukan hidroksiapatit. Karbonat yang masuk kedalam kisi kristal akan mempengaruhi nilai rasio Ca/P dari HAp dan juga bidang kristalnya. Ion karbonat yang masuk dalam kisi kristal HAp akan menggantikan ion hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) atau fosfat  $\text{PO}_4^{3-}$  dan akan menghasilkan *Carbonated-HAp* (CHA).

Sesuai dengan hasil analisa FTIR pengotor berupa ion karbonat terdeteksi pada bilangan gelombang 1497-1417  $\text{cm}^{-1}$ . Ion  $\text{CO}_3^{2-}$  dapat dikurangi dengan mengoptimalkan proses kalsinasi  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO.

#### 4. KESIMPULAN DAN SARAN

##### 4.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari hasil kegiatan penelitian ini sebagai berikut.

1. Dari analisa FTIR, pada tiap sampel terdapat gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang mengindikasikan adanya kandungan hidroksiapatit pada sampel.
2. Semakin tinggi pH dan Suhu semakin murni HAp yang didapat, hal ini dibuktikan dari semakin sedikitnya karbonat yang terbentuk. Semakin tinggi pH dan suhu, semakin tajam puncak gelombang pada analisa FTIR. Kondisi terbaik pada penelitian ini didapat pada sintesis HAp dengan pH 12 dan suhu reaksi 170  $^{\circ}\text{C}$
3. Hasil analisa FTIR menunjukkan ada pengotor berupa gugus  $\text{CO}_3^-$ .

##### 4.2 Saran

Berdasarkan pengalaman peneliti dalam sintesis HAp dari cangkang kerang darah (*anadara granosa*) dengan proses hidrotermal, bagi yang akan melakukan penelitian ini disarankan untuk melakukan sintesis HAp dengan sempurna dan hati-hati. Penelitian

diusahakan untuk mengurangi tingkat kontaminasi sampel dengan udara bebas agar sampel tidak teroksidasi caranya dengan menyimpan sampel di tempat yang tertutup dan tidak terkena sinar matahari langsung. Hal ini bertujuan agar saat pengujian hasil yang di dapat memuaskan dan tidak mengandung senyawa oksida.

Peneliti berikutnya disarankan menggunakan pH di atas 10 dan suhu di atas 140 $^{\circ}\text{C}$ . Karena pada penelitian ini pH dibawah 12 dan suhu dibawah 140 $^{\circ}\text{C}$  masih menghasilkan karbonat yang dapat mengganggu terbentuknya hidroksiapatit.

#### 5. DAFTAR PUSTAKA

- Cimdina, L. B. dan Natalija, B. (2012). *Research of Calcium Phosphates Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, *Infrared Spectroscopy-Material Science, Engineering, and Technology*, Theophile Theopanides (Ed.). <http://www.intechopen.com>. ISBN: 978-953-51-0537-4.
- Hien, V.D., D. Q.Huong, P. T.N. Bich. 2010. *Study of The Formation of Porous Hidroksiapatit Ceramics From Corals via Hidrotermal Proces*. *Journal of Chemistry*. Vol. 48 (5). P. 591 – 596.
- Harahap, A. W. 2015. *Sintesis Hidroksiapatit Melalui Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah Dengan Metode Hidrotermal Pada Pengaruh pH Dan Waktu Reaksi*. Skripsi Sarjana. Fakultas Teknik. Universitas Riau. Pekanbaru.
- Muntamah, 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (anadara granosa,sp)*. Tesis IPB, Bogor.

- Purnama, E. F., Nikmatin, S., Langenati, R. 2006. *Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Derajat Kristalinitas Dan Komposisi Hidroksiapatit Dibuat Dengan Media Air Dan Cairan Tubuh Buatan (Synthetic Body Fluid)*. ISSN 1411-1098. Hal: 154-162.
- Suryadi. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*. Skripsi. Universitas Indonesia. Depok.
- Tim Riset *Bioceramics Minifactory UGM*, 2010. *Jumlah Kebutuhan Implan Tulang indonesia*. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Walendra, 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Berpori dari Cangkang Kerang Darah*. Tesis IPB. Bogor.