

# Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa*) dengan Proses Hidrotermal Variasi Rasio Mol Ca/P dan Suhu Sintesis

Affandi\*, Amri\*\*, Zultiniar\*\*

\*Alumni Teknik Kimia Universitas Riau \*\*Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau  
Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293  
rahmataffandi10@gmail.com

## ABSTRACT

*Synthesis of hydroxyapatite (HAp) from blood cockle shell (*Anadara granosa*) by hydrothermal process has been successfully done. The aim of this research was to get the optimum process condition and also to investigate the influence of the Ca/P mole ratio and the synthesis temperature toward HAp characteristic. The powder of blood cockles shell was calcined to get CaO which then was reacted with diammonium hydrogen phosphate by using water as solvent. Hydrothermal process was done by closed system in order to avoid the solvent be lost while heating up above the solvent's boiling point. The samples then were characterized by using FTIR (Fourier Transform Infrared), XRD (X-Ray Diffraction), and SEM (Scanning Electron Microscopy). The functional groups were observed in the FTIR of the synthesized HAp are phosphate ( $PO_4^{3-}$ ), hydroxyl (OH), carbonate ( $CO_3^{2-}$ ), and hydrogen phosphate ( $HPO_4^{2-}$ ). These functional groups indicate that HAp has been formed. XRD data showed the main peaks for HAp that strengthened the truth of FTIR characterization. SEM was used to observe the morphology of the synthesized HAp that consisted of agglomerates. Through analysis of the EDXA (Energy Dispersive X-Ray Analysis), the Ca/P mole ratio of the synthesized HAp could be counted where the result is 2. EDXA and SEM analysis were done together due to EDXA and SEM are one device. The best condition in this synthesis occurred at Ca/P mole ratio 1,60 and the synthesis temperature 160°C.*

*Keywords: blood cockle shell; hydroxyapatite; hydrothermal*

## I. Pendahuluan

Beberapa tahun belakangan ini banyak terjadi peristiwa kecelakaan lalu lintas yang tidak sedikit menelan korban. Data tiga tahun terakhir dari Badan Pusat Statistik tahun 2012 menunjukkan bahwa pada tahun 2010 terjadi 66.488 peristiwa kecelakaan, kemudian pada tahun 2011 meningkat menjadi 108.696 peristiwa kecelakaan, dan terakhir pada tahun 2012 meningkat lagi menjadi 117.949 peristiwa kecelakaan yang mengakibatkan cacat atau kerusakan tulang pada korban. Salah satu cara untuk mengatasi cacat atau kerusakan tulang pada manusia yaitu dengan menggunakan tulang implan. Terdapat dua alternatif yang bisa digunakan dalam perbaikan jaringan tubuh yang rusak, yaitu transplantasi dan implantasi. Transplantasi merupakan penggantian jaringan tubuh

menggunakan sel hidup, sedangkan implantasi menggunakan material sintetik yang kompatibel dengan jaringan tubuh [Kuo dkk., 2007].

Material atau substansi yang dapat digunakan sebagai peralatan medis dan mampu berinteraksi dengan jaringan tubuh disebut biomaterial. Biomaterial, termasuk biometal, biopolimer, dan biokeramik sedang gencar-gencarnya diaplikasikan dalam bidang medis, khususnya dalam bidang pembedahan tulang [Hien dkk., 2010]. Kalsium fosfat merupakan komponen yang paling banyak dalam tulang. Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus kimia  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  merupakan kristal kalsium fosfat yang umum digunakan untuk implantasi di bidang biomedis karena memiliki sifat biokompatibel dan osteokonduktif yang

sangat bermanfaat dalam proses mineralisasi tulang [Aoki, 1991].

Salah satu bahan alam yang digunakan dalam sintesis hidroksiapatit yaitu cangkang kerang. Pemanfaatan cangkang kerang sampai saat ini hanya sebatas sebagai bahan kerajinan tangan, padahal cangkang kerang memiliki komposisi kalsium karbonat tinggi, yaitu sekitar 98% yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium pada sintesis senyawa yang mengandung logam kalsium seperti hidroksiapatit [Muntamah, 2011].

Produksi kerang di Indonesia yang cukup besar tentunya akan menghasilkan cangkang kerang yang jumlahnya cukup besar pula. Berdasarkan data dari Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap tahun 2011, produksi kerang di Indonesia pada tahun 2010 mencapai 34.929 ton dimana jenis kerang darah (*anadara granosa*) merupakan komoditas utama dengan jumlah produksi mencapai 34.482 ton, sedangkan di propinsi Riau sendiri, produksi kerang mencapai 11.325 ton dimana jenis kerang darah merupakan komoditas utama dengan jumlah produksi 11.014 ton.

Produksi kerang darah di propinsi Riau semakin meningkat setiap tahunnya, dimana berdasarkan data yang diperoleh dari Badan Pusat Statistik Perikanan Riau tahun 2013, produksi kerang darah di propinsi Riau pada tahun 2011 adalah 11.130,5 ton dan meningkat pada tahun 2012 menjadi 11.342,3 ton.

Melihat besarnya jumlah cangkang kerang yang dihasilkan, maka diperlukan upaya untuk menanganinya agar cangkang tersebut memiliki nilai jual, yaitu dengan memanfaatkannya sebagai bahan baku alami untuk memproduksi hidroksiapatit. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan data kondisi proses optimum pada sintesis hidroksiapatit serta untuk mengetahui pengaruh rasio mol Ca/P dan suhu sintesis terhadap kristalinitas hidroksiapatit yang dihasilkan.

## II. Metode Penelitian

### 2.1 Alat yang Digunakan

Alat - alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *furnace* untuk kalsinasi, cawan keramik, oven, erlenmeyer, lumpang, ayakan 200 dan 400 *mesh*, timbangan analitik, kertas lakmus, *vessel* hidrotermal, dan alat uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

### 2.2 Bahan yang Digunakan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) sebagai sumber kalsium,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  sebagai sumber fosfat,  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebagai pengatur PH, dan akuades sebagai pelarut.

### 2.3 Variabel Penelitian

Variabel penelitian meliputi variabel tetap dan berubah. Variabel tetap pada penelitian ini adalah massa serbuk cangkang kerang yang sudah dikalsinasi sebanyak 5 gram, waktu kalsinasi (5 jam), suhu kalsinasi ( $800^\circ\text{C}$ ), dan waktu sintesis (20 jam). Variabel berubah terdiri dari rasio mol Ca/P (1,60; 1,67; dan 1,74) dan suhu sintesis ( $140^\circ\text{C}$ ,  $160^\circ\text{C}$ , dan  $180^\circ\text{C}$ ).

### 2.4 Prosedur Penelitian

#### 2.4.1 Persiapan Bahan Baku

Cangkang kerang darah dibersihkan terlebih dahulu dan dijemur satu hari untuk menghilangkan kadar air pada proses pembersihan. Cangkang kerang darah yang telah kering dihaluskan menggunakan lumpang dan diayak menggunakan ayakan 200 dan 400 *mesh* untuk mendapatkan ukuran partikel -200+400 *mesh*. Setelah itu sampel dikalsinasi pada suhu  $800^\circ\text{C}$  selama 5 jam untuk mengkonversi  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO.

#### 2.4.2 Sintesis Hidroksiapatit

Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan serbuk cangkang kerang yang sudah dikalsinasi dengan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ .  $\text{NH}_4\text{OH}$  digunakan untuk

meningkatkan pH campuran hingga 12. Proses pencampuran ini menggunakan pelarut akuades dan dilakukan di dalam *vessel* hidrotermal. Kemudian *vessel* dimasukkan ke dalam oven dengan variasi suhu reaksi 140°C, 160°C, dan 180°C selama 20 jam. Hasil yang didapat kemudian dicuci dengan menggunakan akuades, kemudian sampel dikeringkan hingga beratnya konstan.

### 2.4.3 Karakterisasi Produk

Karakterisasi produk hidroksiapatit menggunakan alat uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

## III. Hasil dan Pembahasan

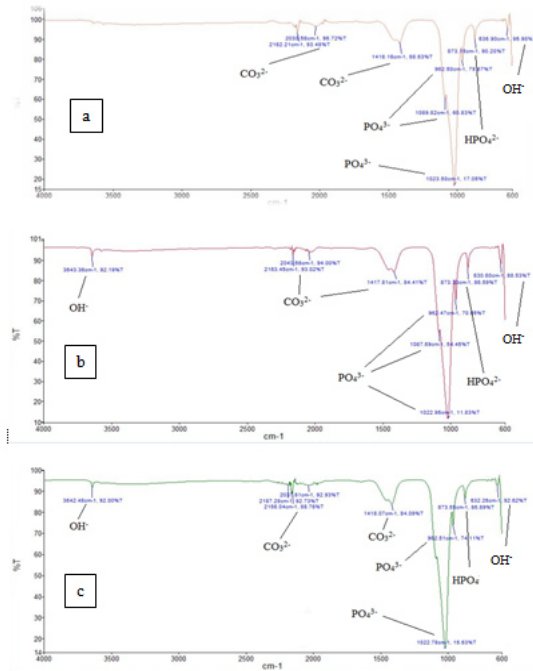
### 3.1 Analisis FTIR

Keberhasilan sintesis hidroksiapatit (HAp) pada penelitian ini dapat ditinjau dengan menggunakan spektrum *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAp komersial yaitu gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 470  $\text{cm}^{-1}$ , 553-600  $\text{cm}^{-1}$ , 964  $\text{cm}^{-1}$  dan 1156-1000  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 635  $\text{cm}^{-1}$  dan 3568  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 1386  $\text{cm}^{-1}$ , 1411  $\text{cm}^{-1}$ , 1635  $\text{cm}^{-1}$ , 1997  $\text{cm}^{-1}$ , dan 2359  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 891  $\text{cm}^{-1}$  dan 875  $\text{cm}^{-1}$  [Cimdina & Natalija, 2012].

Spektogram FTIR HAp yang disintesis pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1, Gambar 3.2, dan Gambar 3.3.

Pada Gambar 3.1 dapat dilihat bahwa pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu 140°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,50  $\text{cm}^{-1}$ , 1023,50  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1089,82  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 636,90  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2162,21  $\text{cm}^{-1}$ , 2030,58  $\text{cm}^{-1}$ , 1418,16  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus

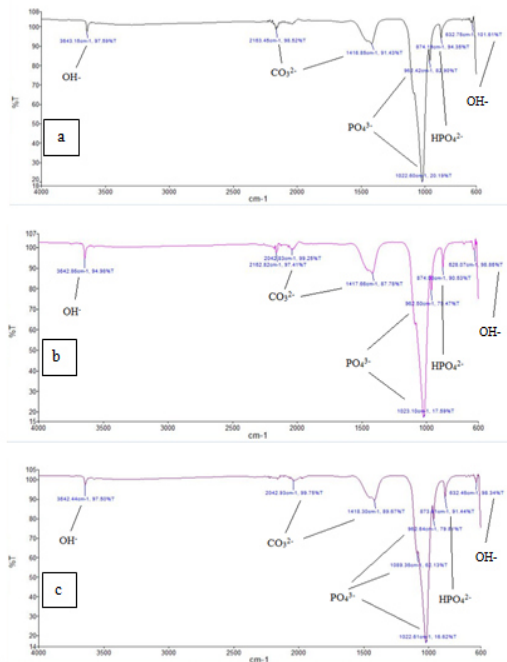
hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 873,15  $\text{cm}^{-1}$ .



**Gambar 3.1** Spektogram FTIR HAp sintesis pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu (a) 140°C (b) 160°C, dan (c) 180°C

Pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu 160°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,47  $\text{cm}^{-1}$ , 1022,95  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1087,69  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 630,60  $\text{cm}^{-1}$  dan 3543,36  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2163,45  $\text{cm}^{-1}$ , 2043,56  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1417,81  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 873,33  $\text{cm}^{-1}$ .

Pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu 180°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,51  $\text{cm}^{-1}$ , 1022,78  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1089,82  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 632,26  $\text{cm}^{-1}$  dan 3542,48  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2156,04  $\text{cm}^{-1}$ , 2187,28  $\text{cm}^{-1}$ , 2037,61  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1418,07  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 873,55  $\text{cm}^{-1}$ .



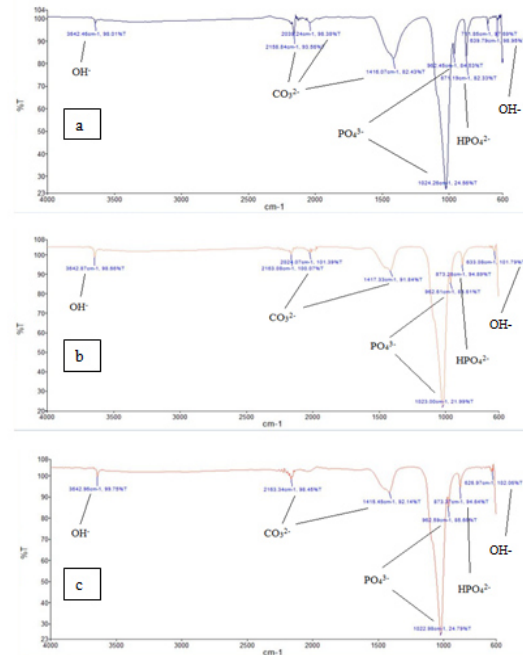
**Gambar 3.2** Spektogram FTIR HAp sintesis pada rasio mol Ca/P 1,67 dengan suhu (a) 140°C (b) 160°C, dan (c) 180°C

Dari Gambar 3.2 diperoleh data bahwa pada rasio mol Ca/P 1,67 dengan suhu 140°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,42  $\text{cm}^{-1}$  dan 1022,60  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 632,75  $\text{cm}^{-1}$  dan 3543,15  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2163,45  $\text{cm}^{-1}$  dan 1416,85  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 874,18  $\text{cm}^{-1}$ .

Pada rasio mol Ca/P 1,67 dengan suhu 160°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,50  $\text{cm}^{-1}$  dan 1023,10  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 628,07  $\text{cm}^{-1}$  dan 3542,85  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2163,82  $\text{cm}^{-1}$ , 2042,83  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1417,65  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 874  $\text{cm}^{-1}$ .

Pada rasio mol Ca/P 1,67 dengan suhu 180°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,64  $\text{cm}^{-1}$ , 1022,61  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1089,35  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang

632,45  $\text{cm}^{-1}$  dan 3542,44  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2042,93  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1418,30  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 873,61  $\text{cm}^{-1}$ .



**Gambar 3.3** Spektogram FTIR HAp sintesis pada rasio mol Ca/P 1,74 dengan suhu (a) 140°C (b) 160°C, dan (c) 180°C

Gambar 3.3 memperlihatkan bahwa pada rasio mol Ca/P 1,74 dengan suhu 140°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,45  $\text{cm}^{-1}$  dan 1024,26  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 639,79  $\text{cm}^{-1}$  dan 3542,46  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2158,84  $\text{cm}^{-1}$ , 2039,24  $\text{cm}^{-1}$  dan 1416,07  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 871,19  $\text{cm}^{-1}$ .

Pada rasio mol Ca/P 1,74 dengan suhu 160°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,61  $\text{cm}^{-1}$  dan 1023  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 633,08  $\text{cm}^{-1}$  dan 3542,87  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2163,08  $\text{cm}^{-1}$ , 2024,07  $\text{cm}^{-1}$ , dan 1417,33  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 873,28  $\text{cm}^{-1}$ .

Pada rasio mol Ca/P 1,74 dengan suhu 180°C, terdapat gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang 962,59  $\text{cm}^{-1}$  dan 1022,98  $\text{cm}^{-1}$ , gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) pada bilangan gelombang 626,97  $\text{cm}^{-1}$  dan 3542,96  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 2163,34  $\text{cm}^{-1}$  dan 1415,45  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus hidrogen fosfat ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) pada bilangan gelombang 873,37  $\text{cm}^{-1}$ .

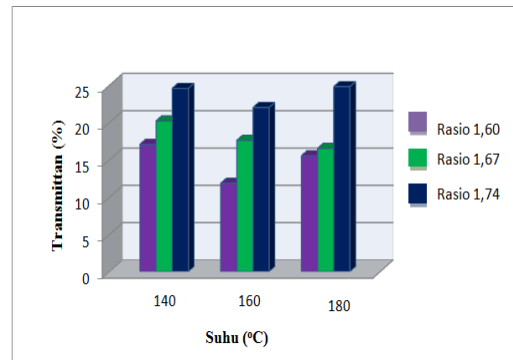
Setelah membandingkan bilangan gelombang dari masing-masing gugus yang teramati pada spektrogram FTIR HAp yang disintesis pada penelitian ini dengan bilangan gelombang dari masing-masing gugus yang teramati pada FTIR untuk HAp komersial, maka dapat disimpulkan sudah terbentuknya hidroksiapatit pada penelitian ini.

### 3.2 Pengaruh Rasio Mol Ca/P dan Suhu Sintesis Terhadap Karakteristik HAp

Pada Tabel 4.1 dapat dilihat angka persentase transmitten dari seluruh sampel pada penelitian ini. Untuk mengetahui pengaruh rasio mol Ca/P dan suhu sintesis terhadap persentase transmitten dapat dilihat pada Gambar 3.4 dan 3.5.

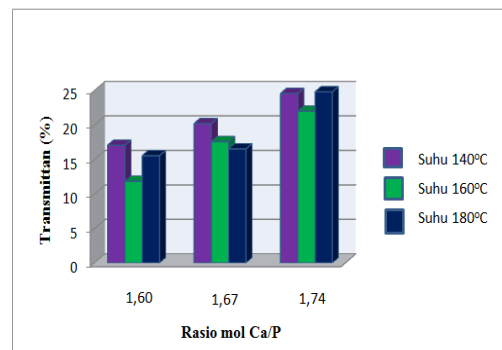
**Tabel 4.1** Nilai % Transmittan Gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  Dengan Puncak yang Paling Tajam dari HAp yang Disintesis

Suhu (°C)	Rasio mol Ca/P	% Transmittan
140	1,60	17,05
	1,67	20,19
	1,74	24,56
160	1,60	11,83
	1,67	17,59
	1,74	21,99
180	1,60	15,53
	1,67	16,52
	1,74	24,79



**Gambar 3.4** Pengaruh Rasio Mol Ca/P Terhadap Persentase Transmittan

Pada Gambar 3.4 dapat diketahui bahwa pada masing-masing suhu 140°C, 160°C, dan 180°C, semakin kecil rasio mol Ca/P maka persentase transmitten gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  semakin kecil yang artinya puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  semakin tajam karena semakin banyak sinar yang diserap. Semakin tajam puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  mengindikasikan pertumbuhan kristalinitas yang semakin baik, yang artinya HAp yang didapat semakin baik [Stanciu dkk., 2007]. Semakin tajamnya puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  ini disebabkan ketika jumlah kalsium konstan, semakin kecil rasio mol Ca/P maka jumlah fosfor yang merupakan unsur utama penyusun HAp semakin besar. Sehingga lebih banyak fosfor yang bereaksi dengan kalsium dan semakin banyak pula ion  $\text{PO}_4^{3-}$  yang terbentuk.



**Gambar 3.5** Pengaruh Suhu Sintesis Terhadap Persentase Transmittan

Pada Gambar 3.5 dapat diketahui bahwa semakin tinggi suhu sintesis maka persentase transmitten gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  semakin kecil yang artinya puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  semakin tajam karena semakin banyak sinar yang diserap. Meningkatnya intensitas dan ketajaman dari puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  seiring dengan kenaikan suhu, yang mengindikasikan kristalinitas HAp meningkat [Chaudhry dkk., 2006]. Namun ion  $\text{PO}_4^{3-}$  bisa berkurang intensitasnya jika telah melewati suhu optimum. Hal ini dikarenakan adanya substitusi ion  $\text{PO}_4^{3-}$  oleh ion  $\text{CO}_3^{2-}$  seiring semakin naiknya suhu [Garcia dkk., 2012]. Terjadinya substitusi ini mempengaruhi kristalinitas, kestabilan panas, dan morfologi HAp yang disintesis [Shi, 2006]. Ion  $\text{CO}_3^{2-}$  ini kemungkinan berasal dari reaktan atau dari udara dalam bentuk  $\text{CO}_2$  [Puvvada dkk., 2013].

Pada rasio mol Ca/P 1,67, semakin tinggi suhu sintesis maka HAp yang terbentuk semakin bagus. Namun pada rasio mol Ca/P 1,60 dan 1,74, suhu optimum berada pada suhu  $160^\circ\text{C}$ . Berkurangnya intensitas gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  pada suhu  $180^\circ\text{C}$  dikarenakan adanya substitusi ion  $\text{PO}_4^{3-}$  oleh ion  $\text{CO}_3^{2-}$  pada kristal HAp. Pada rasio mol Ca/P 1,60 dan 1,74 kondisi optimumnya yaitu pada suhu  $160^\circ\text{C}$  dengan % transmitten gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  pada angka 11,83 dan 21,99 berturut-turut. Sedangkan pada rasio mol Ca/P 1,67 puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  semakin tajam sampai pada suhu  $180^\circ\text{C}$  yang dibuktikan oleh angka % transmitten gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  yang selalu menurun, yaitu 20,19, 17,59, dan 16,52.

Setelah dibandingkan hasil sintesis HAp dari semua variasi yang telah dilakukan, maka disimpulkan HAp hasil sintesis terbaik yaitu pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu  $160^\circ\text{C}$  yang memiliki angka % transmitten gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  yang paling tajam, yaitu sebesar 11,83. Semakin tajam puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  mengindikasikan pertumbuhan kristalinitas yang semakin baik, yang artinya HAp

yang didapat semakin baik [Stanciu dkk, 2007].

### 3.3 Analisis XRD

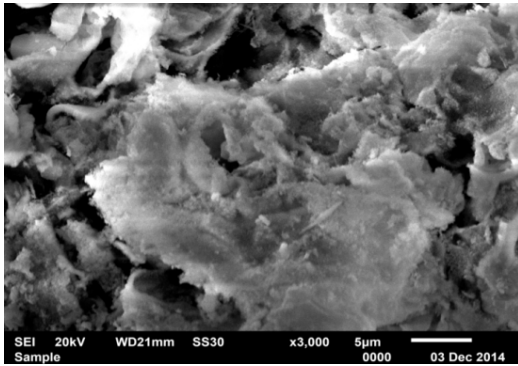
Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari FTIR, maka HAp yang disintesis pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu  $160^\circ\text{C}$ , rasio mol Ca/P 1,67 dengan suhu  $160^\circ\text{C}$ , dan rasio mol Ca/P 1,74 dengan suhu  $160^\circ\text{C}$  dikarakterisasi lebih lanjut dengan *X Ray Diffraction* (XRD). Karakterisasi dengan menggunakan XRD dilakukan secara kualitatif, yaitu dengan membandingkan puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram HAp hasil sintesis dengan puncak-puncak pada difraktogram HAp standar dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dengan No. 09-432.

Fasa-fasa yang terbentuk diidentifikasi berdasarkan data JCPDS. Berdasarkan data JCPDS No. 09-432, untuk fasa HAp dicirikan intensitas utama pada nilai  $2\theta$  sebesar 25,879, 31,773, 32,196, 32,902, dan 34,048. Untuk HAp hasil sintesis pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu  $160^\circ\text{C}$ , intensitas utama pada nilai  $2\theta$  sebesar 25,8543, 31,6972, 32,1873, 32,9386, dan 34,0765. Untuk HAp hasil sintesis pada rasio mol Ca/P 1,67 dengan suhu  $180^\circ\text{C}$ , intensitas utama pada nilai  $2\theta$  sebesar 25,8623, 31,7666, 32,2027, 32,8923, dan 34,0667. Untuk HAp hasil sintesis pada rasio mol Ca/P 1,74 dengan suhu  $160^\circ\text{C}$ , intensitas utama pada nilai  $2\theta$  sebesar 25,8340, 31,7470, 32,1791, 32,9015, dan 34,0688. Selain HAp, teridentifikasi fasa lain, yaitu kalsium hidroksida ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

Setelah dibandingkan, maka dapat disimpulkan bahwa difraktogram HAp hasil sintesis memiliki nilai  $2\theta$  yang hampir sama dan menyerupai dengan difraktogram HAp standar. Dengan demikian karakterisasi menggunakan XRD ini mengkonfirmasi keberadaan HAp pada karakterisasi menggunakan FTIR. Ukuran rata-rata kristal dari HAp yang disintesis adalah 40 nm (nanometer) yang diperoleh dari perhitungan dengan Persamaan Scherrer

### 3.4 Analisis SEM

Pengamatan morfologi dari HAp yang disintesis pada rasio mol Ca/P 1,60 dengan suhu 160°C dapat dilihat pada Gambar 3.6. Pengamatan morfologi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk partikel HAp yang disintesis mengalami aglomerasi. Terbentuknya aglomerasi pada HAp hasil sintesis pada penelitian ini dikarenakan pada proses hidrotermal yang dilakukan tidak menggunakan sistem pengadukan sehingga distribusi partikel kurang homogen. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Hui dkk. (2010), dimana partikel yang diamati mengalami aglomerasi. Menurut Chaudhry dkk. (2006), kristal dari HAp yang disintesis dengan metode hidrotermal biasanya mengalami aglomerasi. Hal ini juga dipertegas oleh Suryadi (2011), dimana kristalit dari HAp cenderung membentuk aglomerat dengan rata-rata ukuran kristalnya berada pada rentang 15-50 nm.



**Gambar 3.6** Morfologi HAp Sintesis pada Rasio Mol Ca/P 1,60 dengan Suhu 160°C

Melalui uji EDXA (*Energy Dispersive X-Ray Analysis*) yang dilakukan diperoleh rasio mol Ca/P untuk HAp hasil sintesis, yaitu 2. Pengukuran EDXA dilakukan bersamaan dengan observasi SEM karena EDXA satu perangkat dengan SEM. Rasio mol Ca/P pada sampel lebih besar dari rasio HAp stoikiometrik. Hal ini dikarenakan adanya fasa selain HAp yang teramati di XRD yaitu kalsium hidroksida, sehingga

mempengaruhi besarnya nilai rasio mol Ca/P dari HAp hasil sintesis.

## IV. KESIMPULAN DAN SARAN

### 4.1 Kesimpulan

Kondisi optimum pada penelitian ini didapat pada sintesis dengan rasio mol Ca/P 1,60 dan suhu 160°C yang memiliki angka persentase transmitan paling tajam, yakni 11,83. Pada masing-masing suhu, semakin kecil rasio mol Ca/P maka HAp yang terbentuk semakin bagus. Pada rasio mol Ca/P 1,67, semakin tinggi suhu sintesis maka HAp yang terbentuk semakin bagus. Namun pada rasio mol Ca/P 1,60 dan 1,74, suhu optimum berada pada suhu 160°C.

### 4.2 Saran

Berdasarkan pengalaman peneliti dalam sintesis HAp dari cangkang kerang darah (*anadara granosa*) dengan proses hidrotermal, bagi yang akan melakukan penelitian ini agar meminimalisir kandungan karbonat dalam sintesis.

### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada bapak Dr. Amun Amri, MT dan Ibu Dra. Zultiniar, M.Si selaku pembimbing, serta Ibu Dra. Yelmida, M.Si yang telah mengarahkan dan membimbing penulis selama melaksanakan penelitian ini. Terima kasih kepada kedua orang tua dan keluarga yang telah memberikan dukungan dan motivasi selama ini, serta rekan-rekan seperjuangan.

### DAFTAR PUSTAKA

- Aoki, H. (1991). *Science and Medical Applications of Hydroxyapatite*. Tokyo: Tokyo Medical and Dental University.
- Badan Pusat Statistik. (2012). Jumlah kecelakaan, korban mati, luka berat, luka ringan, dan kerugian materi yang diderita tahun 1992 hingga 2012. <http://www.bps.go.id>. Diakses 25 November 2014.

- Badan Pusat Statistik Perikanan Riau. (2013). Produksi Kerang Darah. <http://www.bps.go.id>. Diakses 25 November 2014.
- Chaudhry, A. A., Haque, S., Kellici, S., Paul, B., Rehman, I., Khalid, F. A. & Darr, J. A. (2006). *Instant nano-hydroxyapatite: a continuous and rapid hydrothermal synthesis*. Journal of the royal society of chemistry. 2286-2288.
- Cimdina, L. B. & 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.
- Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. (2011). Statistik Perikanan Tangkap Indonesia 2010. Kementerian Perikanan Dan Kelautan Indonesia. Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap: Jakarta.
- Garcia, B., Gonzalez, G., Ocanto, F. & Linares, C. F. (2012). *CoMo/Zn-hydroxyapatites as catalyst for the hydrodesulfurization reaction of thiophene*. Indian J. Chem. Technol. 19: 403-408.
- Hien, V. D., Huong, D. Q. & Bich, P. T. N. (2010). *Study of the formation of porous hidroksiapatit ceramics from corals via hidrothermal process*. Journal of Chemistry. 48 (5): 591 – 596.
- Hui, P., Meena, S. L. Singh, G., Agarawal, R. D. & Prakash, S. (2010). *Synthesis of Hydroxyapatite Bio-Ceramic Powder by Hydrothermal Method*. JMMCE. 9 (8): 683-692
- Kuo, T. C., Lee, B. S., Kang, S. H., Lin, F. H. & Lin, C. P. (2007). *Cytotoxicity of DP-bioglass paste used for treatment of dentin hypersensitivity*. Journal of Endodontics. 33: 451-454.
- Muntamah. (2011). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (*anadaragranosa,sp*). Tesis IPB: Bogor.
- Puvvada, N., Panigrahi, P. K., Kalita, H., Chakraborty, K. R. & Pathak, A. (2013). *Effect of temperature on morphology of triethanolamine-assisted synthesized hydroxyapatite nanoparticles*. Appl Nanosci. 3: 203-209.
- Shi, D. (2006). *Introduction to biomaterials*. Word Scientific Publishing.
- Stanciu, G. A., Sandulescu, I., Savu, B., Stanciu, S. G., Paraskevopoulos, K. M., Chatziastavrou, X., Kontonasaki. & Koidis, P. (2007). *Investigation of the Hydroxyapatite Growth on Bioactive Glass Surface*. Journal of Biomedical & Pharmaceutical Engineering. 1(1): 34-39.
- Suryadi. (2011). Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Tesis Magister. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia: Depok.