

SINTESIS DAN KARAKTERISASI BIONANO HIDROKSIAPATIT (HAp) SECARA *INSITU* DENGAN METODE HIDROTHERMAL

Laode A. Kadir¹, Dian Permana², Thamrin Azis³

^{1,2,3}Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Halu Oleo, Kampus Hijau Bumi Tridharma, Anduonohu, Kota Kendari, Sulawesi Tenggara

Email korespondensi: laode.kadir90@uho.ac.id

Abstrak

Cangkang kerang pokea memiliki kandungan kalsium tinggi yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai prekursor kalsium dalam sintesis hidroksiapatit (HAp). Penelitian ini bertujuan memanfaatkan cangkang kerang pokea sebagai prekursor CaO untuk mensintesis HAp, melakukan sintesis HAp dari cangkang kerang pokea, serta karakterisasinya. Analisis serbuk cangkang kerang pokea menggunakan XRF menunjukkan kandungan CaO setelah kalsinasi sebesar 94,23%. Hasil sintesis dengan metode hidrotermal menunjukkan HAp yang diperoleh merupakan fasa tunggal yang ditunjukkan dengan ketajaman puncak vibrasi fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 561,85; 962,01; dan 1024,55 cm^{-1} .

Kata kunci: hidroksiapatit, pokea, hidrotermal

Abstract

The pokea clamshell contains high calcium content which has the potency to be used as a precursor of calcium in synthesis of hydroxyapatite (HAp). This study aimed to utilize the waste of the pokea clamshells as a precursor of CaO in synthesizing of HAp, and to carry out the characterizations. Analysis of CaO content XRF showed that pokea clamshell after calcination was 94.23% (by weight). The hydrothermal method synthesized HAp confirmed the formation of single phase of HAp as indicated by the sharpness of the phosphate (PO_4^{3-}) vibration peak at 561.85; 962.01; and 1024.55 cm^{-1} .

Keyword: hydroxyapatite, pokea, hydrothermal

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit (HAp) dengan formula kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah satu keramik yang biokompatibel, karena secara kimia dan fisika kandungan mineralnya sama dengan tulang manusia dan gigi. Hidroksiapatit adalah keramik bioaktif yang sudah luas penggunaannya pada reparasi tulang seperti pelapisan logam *prostese* untuk meningkatkan sifat biologi dan mekanik [1]. Selain itu, hidroksiapatit telah lama digunakan sebagai biomaterial penambal gigi karena memiliki sifat estetika dan keamanan yang lebih baik dibandingkan *amalgam* [2]. Untuk dapat diaplikasikan sebagai biokeramik penambal gigi, komposit HAp harus memiliki ukuran butir yang sesuai, hal ini dapat diatur melalui proses sintesisnya [3].

Bahan baku yang dapat digunakan untuk membuat HAp banyak ditemukan di alam, misalnya batu kapur [4], cangkang telur [5], batu karang [6], dan kulit kerang [7]. Pada penelitian ini digunakan cangkang kerang pokea (*Batissa violacea* var. *celebensis*, von Martens 1897) sebagai bahan dasar sumber kalsium pada pembuatan HAp. Hal ini dikarenakan potensi limbah cangkang kerang pokea di Sulawesi Tenggara cukup besar. Lapisan luar cangkang kerang pokea padat dan keras, karena kandungan kalsiumnya (Ca) tinggi, yaitu sebesar 94% [8]. Mineral kalsium (Ca) yang terdapat pada cangkang kerang pokea berbentuk karbonatnya

(CaCO_3) [9]. Pemilihan bahan dasar HAp dari bahan alam yang telah disebutkan sebelumnya pada umumnya akan menentukan cara sintesisnya.

Metode-metode sintesis yang sering digunakan untuk menghasilkan HAp adalah metode hidrotermal, sol-gel, irradiasi ultrasonik, irradiasi *microwave* dan pengendapan [10]. Metode hidrotermal merupakan metode yang paling tepat untuk mendapatkan hasil dengan kualitas yang baik, kemurnian, reaktivitasnya, dan perolehan yang tinggi. Metode ini juga tergolong sederhana dan murah dalam pengerjaannya. Selain itu, penelitian sebelumnya melaporkan bahwa HAp yang dihasilkan dengan metode hidrotermal paling homogen [11]. Untuk meningkatkan kinerja HAp pada berbagai bidang aplikasi biasanya ditingkatkan dengan cara membentuk kompositnya.

Metode hidrotermal dua tahap (cara *ex-situ*) dan satu tahap (*in-situ*) untuk sintesis komposit HAp dari cangkang telur ayam sudah dikembangkan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hutabarat [12]. Dari hasil penelitian tersebut dinyatakan bahwa metode satu tahap (*in-situ*) menghasilkan komposit dengan kemurnian dan kristalinitas yang lebih baik.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini terdiri atas dua tahapan, yaitu pengisolasian kalsium dari cangkang kerang, dan

sintesis hidroksiapatit. Analisis komposisi, struktur dan morfologi dilakukan dengan alat-alat XRF (Rigaku Nex CG), dan FTIR (PerkinElmer Spectrum 100).

Isolasi Kalsium dari cangkang kerang pokea

Pada proses ini limbah cangkang kerang pokea dibersihkan dari sisa kotoran dan membran yang masih menempel dengan cara melepaskannya menggunakan akuades. Limbah cangkang kerang pokea yang sudah dibersihkan didiamkan pada udara terbuka selama 24 jam. Limbah cangkang pokea yang sudah kering kemudian dihaluskan sampai ukuran lolos 100 mesh, kemudian dikalsinasi pada tungku pada 900 °C selama 3 jam, dengan kecepatan kenaikan suhu 5 menit per 25 °C. Serbuk putih yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRF.

Sintesis Komposit Hidroksiapatit secara *In-situ*

Serbuk CaO ditambahkan pada larutan

Tabel 1. Hasil analisis XRF pada kerang pokea

No	Mineral	Kadar (%)	
		Sebelum kalsinasi	Setelah kalsinasi
1	CaO	50,10	94,23
2	SiO ₂	1,45	3
3	Al ₂ O ₃	0,059	0,62
4	Fe ₂ O ₃	0,14	0
5	MgO	4,05	0

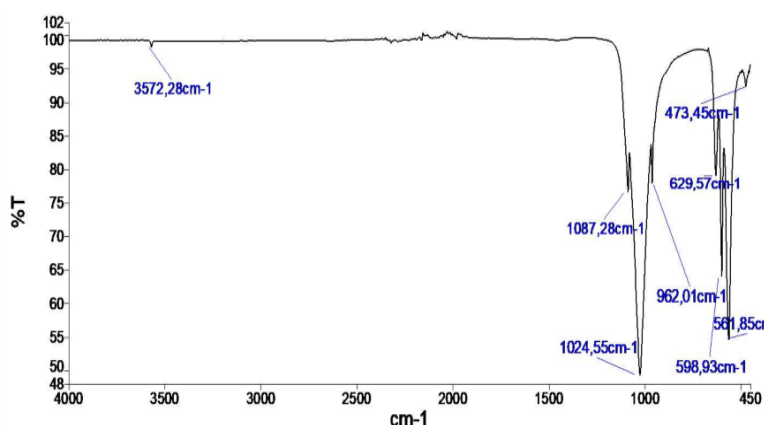
Keberadaan gugus fungsi yang terdapat pada HAp dikarakterisasi dengan FTIR seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Puncak-puncak karakteristik untuk HAp muncul pada bilangan gelombang 561,85 cm⁻¹, 962,01 cm⁻¹, 1024,55 cm⁻¹. Puncak ini merupakan

ammonium dihidrogenfosfat (Merck Cas No. 7783-28-0) dengan perbandingan mol Ca:P 1,67. Campuran dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan dalam oven pada 230 °C selama 48 jam, sebagai proses pembentukan komposit HAp secara hidrotermal. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Untuk menghilangkan air, padatan dipanaskan pada 110 °C selama 24 jam dan dilanjutkan dengan proses sintering pada 900 °C selama 2 jam dengan kenaikan suhu 10 °C per menit untuk meningkatkan kristalinitasnya. Struktur dan morfologi hasil sintesis masing-masing dikarakterisasi dengan FT-IR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi CaO pada kerang pokea dilakukan menggunakan Teknik kalsinasi pada suhu 900 °C. Dari hasil pengukuran menggunakan XRF diperoleh kadar CaO 94,23% setelah kalsinasi. secara keseluruhan data hasil XRF ditampilkan pada Tabel 1.

puncak serapan khas untuk gugus fosfat (PO₄³⁻), selanjutnya terlihat puncak pada 629,57 cm⁻¹ dan 3572,28 cm⁻¹, yang merupakan vibrasi tekuk dan regangan gugus O-H.



Gambar 1. Spektrum FTIR HAp

Puncak pada bilangan gelombang 1456,7 cm⁻¹ dan 1418,5 cm⁻¹ merupakan gugus CO₃²⁻ tidak diperoleh, hal ini diduga disebabkan karena suhu sintering pada suhu tinggi memungkinkan lepasnya

gugus-gugus tersebut dari struktur HAp [13]. Kualitas Hidroksiapatit adalah perubahan kristalisasi gugus PO₄³⁻ dan OH⁻ yang ditentukan berdasarkan ketajaman puncak spektrumnya pada hasil

pemeriksaan FTIR. Semakin tajam puncak gugus PO_4^{3-} menunjukkan pertumbuhan kristalisasi yang

semakin baik, yang berarti kualitas hidroksiapatit semakin baik [14].

Tabel 2. Hasil Analisis FTIR Hap

No	Gugus fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
1	Regangan PO_4^{3-}	561,85; 962,01
2	Asimetri PO_4^{3-}	1024,55
3	Regangan OH	3572,28
4	Vibrasi tekuk OH	629,57

Dari hasil FTIR puncak asimetri PO_4^{3-} dan vibrasi regangan PO_4^{3-} menunjukkan spektrum yang sangat tajam sehingga disimpulkan kualitas hidroksiapatit dengan metode hidrotermal sangat baik.

menunjukkan kandungan CaO sebesar 94.23%. Hasil analisis FTIR, pada sampel terdapat gugus PO_4^{3-} dan OH⁻ yang menegaskan akan keberadaan senyawa murni hidroksiapatit.

KESIMPULAN

Kandungan kalsium dari limbah cangkang kerang poka dapat dimanfaatkan sebagai starting material dalam sintesis hidroksiapatit. Analisis serbuk sampel cangkang kerang poka menggunakan XRF

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Halu Oleo, telah memfasilitasi terselenggaranya kegiatan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Lavigueur, C. and Zhu, X. X., 2012. Recent Advances in The Development of Dental Composite Resins. Royal Society of Chemistry Advances. 2, 59.
- [2] Bartonickova, E., Vojtisek, J., Tkacz, J., Porizka, J., Masilko, J., Moncekova, M., and Parizek, L., 2017. Porous HA / Alumina Composites Intended for Bone-tissue Engineering. Materiali in Tehnologije/Materials and Technology. 51, 631–636.
- [3] Bozkurt, Y., Pazarlioglu, S., Gokce, H., Gurler, I., and Salman, S., 2015. Hydroxyapatite Lanthanum Oxide Composites. Acta Physica Polonica A. 127, 1407–1409.
- [4] Jamarun N., Asril A., Zulhadjri, Azharman Z., & Sari T. P., 2015. Effect Of Hydrothermal Temperature On Synthesize of Hydroxyapatite From Limestone Through Hydrothermal Method. Journal of Chemical And Pharmaceutical Research, 7(6), 832–837.
- [5] Sitohang, F., Yelmida, A., and Zultiniar., 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam Ras Melalui Metode Hidrotermal. Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik. 3, 1-7.
- [6] Maryani E., Kurniasih S. C., Sofiyarningsih, N., &

Priyanto B., 2018. Penyiapan Komposit Hidroksiapatit-Zirkonia sebagai Bahan Biokeramik. Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia, 27(1), 40-50.

- [7] Ningsih R. P., Wahyuni N., & Destiarti L., 2014. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Kepah (Polymesoda erosa) dengan Variasi Waktu Pengadukan. Jurnal Kimia Khatulistiwa, 3(1), 22-26.
- [8] Suwarjoyowirayatno & Ary T., 2018, Analisis Proksimat Dan Kandungan Kalsium Kerupuk Berbahan Dasar Limbah Cangkang Kerang Poka (Batissa Violacea Celebensis Marten 1897). Analisis Proksimat dan Kandungan Kalsium, 1(1), 26–33. 16.
- [9] Oliveira, D. A., Benelli, P., and Amante, E. R. 2013. A Literature Review on Adding Value to Solid Residues: Egg Shells. Journal of Cleaner Production. 46, 42-47.
- [10] Waheed S., Sultan M., Jamil T., & Hussain T., 2015. Comparative Analysis of Hydroxyapatite Synthesized by Sol-gel, Ultrasonication and Microwave Assisted Technique. In Materials Today: Proceedings,. 2(10). 17.
- [11] Rodriguez-Lugo, V., Salinas-Rodriguez, E., Vazquez, R. A. Aleman, K., and Rivera, A. L., 2017. Hydroxyapatite Synthesis from A Starfish

- and β -Tricalcium Phosphate using a Hydrothermal Method. Royal Society of Chemistry. 7, 7631-7639.
- [12] Hutabarat G. S., Qodir D. T., Setiawan H., Akbar N., & Noviyanti A. R., 2019. Sintesis Komposit Hidroksiapatit-Lantanum Oksida (HA-La₂O₃) dengan Metode Hidrotermal secara In-Situ dan Ex-Situ. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 15(2), 287.
- [13] Gautam, C. R., Kumar, S., Mishr, V. K., and Biradar, S., 2017. Synthesis, Structural and 3-D Architecture of Lanthanum Oxide Added Hydroxyapatite Composites for Bone Implant Applications: Enhanced Microstructural and Mechanical Properties. *Ceramics International*. 43, 14114–14121.
- [14] Amri, M. K., Azis, Y., & Komalasari. (2019). Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Terumbu Karang Melalui Proses Hidrotermal Dengan Variasi Rasio Ca/P Dan pH Reaksi. *Jom Fteknik*, (6)1.