

Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi menggunakan Metode Presipitasi dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi H_3PO_4

Al Haris¹, Ahmad Fadli², Silvia Reni Yenti³

Laboratorium Material & Korosi

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293

*E-mail : alharis24@gmail.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite is a compound of calcium phosphate ceramics and also the main inorganic components in bones and teeth of animals and humans. Hydroxyapatite was synthesized from bovine bones using precipitation method. The purpose of this study is to determine the effect of the ratio of Ca / P and the concentration of H_3PO_4 to the characterization of hydroxyapatite made from bovine bones as raw materials using precipitation method. Bovine bones were calcined at 1000 °C to produce calcium oxide (CaO). Then CaO was dissolved into distilled water and slowly mixed with phosphoric acid (H_3PO_4) at a ratio of Ca/P 0.67; 1.67; 2.67 and the concentration of H_3PO_4 0.6 M, 0.8 M, 1.2 M and 2.4 M. Then the mixture going through aging process for 24 hours and then the precipitate was filtered. The residue was calcined and characterized by XRD, FTIR, and SEM-EDX. Hydroxyapatite with a variation of Ca/P ratio, the difference between the initial and final ratio of Ca/P tends to decrease with an increase of the initial ratio of Ca/P. Hydroxyapatite with a variation of H_3PO_4 concentration, the final ratio of Ca/P tends to decrease with an increase of H_3PO_4 concentration.

Keywords: *hydroxyapatite, precipitation, ratio, concentration.*

1. Pendahuluan

Peta kejadian patah tulang pinggul *International Osteoporosis Foundation* (IOF) menunjukkan tingkat patah tulang pinggul Indonesia bernilai 119/100.000 per tahun pada pria dan wanita. Studi lain memperkirakan ada 38.618 kejadian patah tulang pinggul yang terjadi pada tahun 2010 dengan sekitar setengah dari mereka terjadi pada individu penderita osteoporosis. Rumah sakit besar di daerah perkotaan Indonesia memperkirakan bahwa waktu tunggu rata-rata untuk operasi, setelah patah tulang pinggul, sekitar 1-2 hari dan sekitar 75-90% dikelola dengan pembedahan. Tingginya kasus kerusakan tulang tersebut menyebabkan meningkatnya kebutuhan akan biomaterial atau biasa disebut pengganti tulang. Salah satu contoh biomaterial yaitu hidroksiapatit.

Hidroksiapatit merupakan senyawa keramik kalsium fosfat dan juga komponen anorganik utama dalam tulang dan gigi dari hewan dan manusia [Ramanan *et al*, 2004]. Karena sifat biokompatibilitas, bioaktivitas, dan *osteoconductivity* yang sangat baik, HAp secara luas diselidiki dan dipromosikan di semua bidang penelitian yang terkait biomaterial [Costescu *et al*, 2013]. Hidroksiapatit juga merupakan anggota dari mineral apatit ($M_{10}(ZO_4)_6X_2$), dan memiliki rumus kimia $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ [Dahlan *et al*, 2009]. Hidroksiapatit bersifat biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif, tapi hidroksiapatit tidak bersifat osteoinduktif [Passuti, 1999]. Sintesis senyawa hidroksiapatit dapat diperoleh dengan mencampurkan prekursor kalsium dengan prekursor fosfat.

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi menggunakan bahan baku tulang sapi. Tulang sapi digunakan sebagai bahan baku sumber kalsium dan asam fosfat (H_3PO_4) sebagai sumber fosfat. Metode presipitasi merupakan salah satu pendekatan yang paling luas karena kesederhanaan, ketersediaan bahan baku dan penggunaan bahan baku relatif murah. Metode presipitasi dilakukan dengan mengendalikan kelarutan bahan di dalam larutan melalui perubahan pH, suhu atau pun pelarut.

Salah satu peneliti yang telah melakukan sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi yaitu Suryadi (2011). Bahan yang digunakan Suryadi sebagai prekursor untuk Ca dan P masing-masing adalah $Ca(OH)_2$ dan H_3PO_4 kualitas laboratorium. Proses kalsinasi terhadap hidroksiapatit dilakukan dengan variabel temperatur dan waktu kalsinasi. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 500, 700, 900°C dengan waktu sinter pada masing-masing suhu divariasikan pada 4, 6 dan 8 jam. Kemudian hidroksiapatit hasil kalsinasi dianalisis dengan XRD, FTIR, dan SEM. Tingkat kristalinitas yang sangat baik teramati pada variabel 900°C dengan lama sinter 4 dan 6 jam.

Penelitian ini bertujuan untuk Mengkaji pengaruh rasio Ca/P dan konsentrasi H_3PO_4 terhadap hidroksiapatit yang dihasilkan serta karakterisasi produk dengan XRD, SEM-EDX, dan FTIR.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Persiapan Bahan Baku

Persiapan bahan baku diawali dengan pembersihan limbah tulang sapi dari kotoran yang tampak dengan menggunakan sikat, dan sabun. Kemudian dikeringkan di udara terbuka. Limbah tulang sapi yang telah dibersihkan ditumbuk menggunakan penumbuk lesung. Tulang sapi yang telah hancur kemudian dikalsinasi didalam *furnace* dengan suhu 1000°C selama 8 jam. Tulang sapi yang

sudah dikalsinasi kemudian diayak dengan ayakan santan. Hasil ayakan berupa serbuk diuji menggunakan AAS untuk mengukur kadar kalsium yang terkandung dalam sampel.

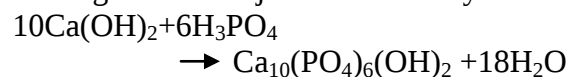
2.2 Persiapan Larutan

Larutan kalsium hidroksida dibuat dengan melarutkan serbuk tulang sapi (CaO) sebanyak 9,65 gr dengan 100ml aquades. Untuk membuat larutan fosfat dilakukan pengenceran H_3PO_4 85% menggunakan aquades sesuai perhitungan stoikiometri. Larutan NaOH dibuat dari padatan NaOH dengan melarutkannya pada aquades sesuai dengan perhitungan stoikiometri.

2.3 Sintesis Hidroksiapatit

Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan suspensi $Ca(OH)_2$ dan larutan H_3PO_4 dengan rerata laju penambahannya adalah 5 ml/menit. Proses pencampuran dilakukan hingga semua asam fosfat habis. Selama pencampuran, suspensi kalsium hidroksida diaduk dengan kecepatan 300 rpm. Setelah proses pencampuran selesai maka campuran kemudian dihangatkan pada suhu 90°C selama 1 jam dan pH larutan diatur pada nilai 10. Campuran kemudian didiamkan (*aging*) selama 24 jam pada suhu ruang.

Setelah didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang, endapan yang terbentuk kemudian disaring dengan memakai kertas saring *whatman* 42. Kemudian presipitat tersebut dikeringkan menggunakan *oven* pada suhu 120°C selama 5 jam. Presipitat kering dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 900°C selama 5 jam untuk meningkatkan derajat kristalinitasnya.



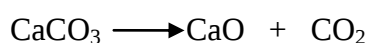
3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Kalsinasi Tulang Sapi

Kalsinasi yang dilakukan pada tulang sapi bertujuan untuk mengeliminasi komponen organik dan mengkonversi

senyawa kalsium karbonat (CaCO_3) menjadi kalsium oksida CaO yang digunakan sebagai prekursor kalsium (Ca).

Pada tahap kalsinasi terjadi proses dekomposisi tulang sapi. Pada suhu di bawah 250°C air akan menguap kemudian seluruh komponen organik akan teroksidasi di bawah 450°C . Pada temperatur 540°C terjadi dekomposisi magnesium karbonat (MgCO_3) dan CaCO_3 terkonversi menjadi CaO pada temperatur sekitar 750°C . Dekomposisi CaCO_3 menjadi CaO secara sempurna terjadi pada 1000°C [Dasgupta *et al*, 2004].



Kalsinasi tulang sapi pada penelitian ini dilakukan selama 6 jam pada suhu 1000°C . Tulang sapi yang dikalsinasi mengalami perubahan berat sebesar 62,07%. Selain perubahan berat, tulang sapi yang dikalsinasi juga mengalami perubahan warna. Tulang sapi sebelum kalsinasi berwarna kekuningan dan setelah kalsinasi berubah menjadi putih.

Tabel 1. Hasil analisa AAS tulang sapi.

Parameter Uji (%)	Nilai (%)	
	Sebelum kalsinasi	Setelah kalsinasi
Ca	50,29	82,92
Mg	5,51	8,63
Na	2,69	2,75

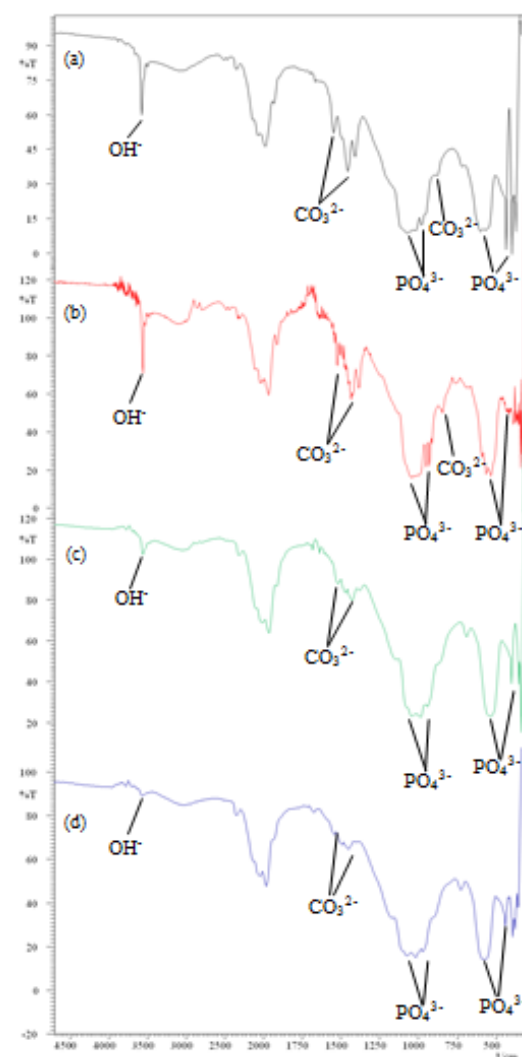
Kandungan senyawa kalsium (Ca) diperoleh meningkat menjadi sebesar 82,92% (b/b) dan sisanya merupakan komponen - komponen anorganik lainnya.

3.2 Pengaruh Rasio Ca/P Terhadap Karakteristik HAp

Analisa FTIR, XRD dan SEM-EDX dilakukan untuk mempelajari pengaruh dari rasio Ca/P terhadap karakteristik

hidroksiapatit yang dihasilkan. Nilai variasi rasio Ca/P yang dilakukan adalah 0,67; 1,67; 2,67.

Pada gambar 3.1 Hasil analisis FTIR memperkuat dugaan bahwa hidroksiapatit yang telah disintesis tidaklah murni dan stoikiometrik. Hal tersebut diperkuat dengan tingginya intensitas spektrum untuk gugus karbonat (CO_3^{2-}) yang terdeteksi. Adanya gugus karbonat (CO_3^{2-}) yang masuk ke dalam kisi kristal dari HAp dimungkinkan karena proses sintesis hidroksiapatit yang dilakukan pada kondisi atmosfer tidak inert. Tabel 3.1 memperlihatkan beberapa pita untuk gugus yang telah disebutkan sebelumnya.



Gambar 1. Spektrum FTIR HAp pada rasio Ca/P (a) 0,67, (b) 1,67 dan (c) 2,67.

Tabel 2. Spektrum hasil uji analisa FTIR.

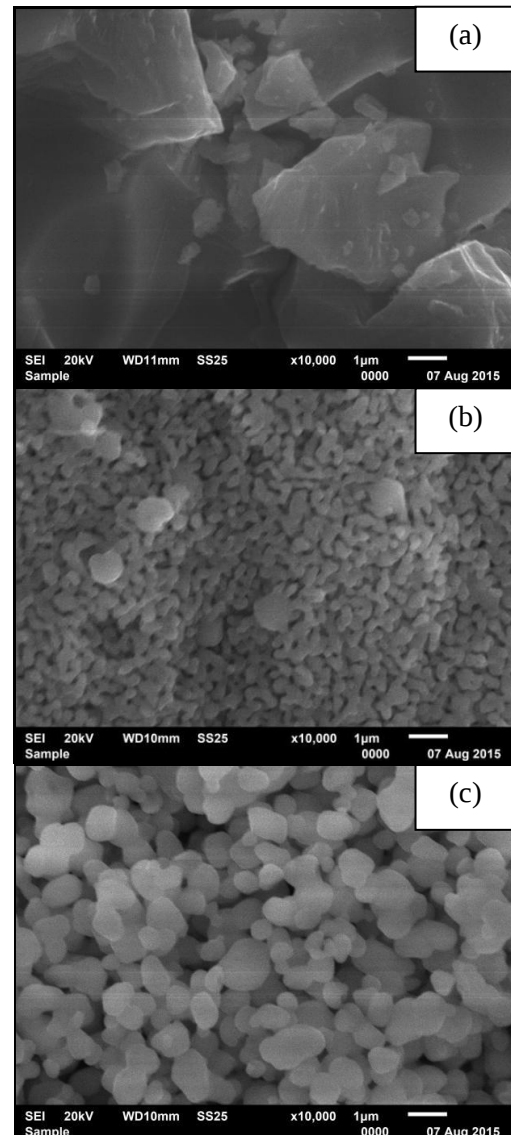
Gugus	Wavenumbers (1/cm)		
	HAp 0,67	HAp 1,67	HAp 2,67
$\nu_1\text{PO}_4^{3-}$	962,52	983,74	982,77
$\nu_2\text{PO}_4^{3-}$	461,97	467,76	466,79
$\nu_3\text{PO}_4^{3-}$	1076,33	1077,33	1078,25
$\nu_4\text{PO}_4^{3-}$	593,14	602,78	598,92
CO_3^{2-}	1635,71	1546,98	1547,25
	1444,75	1460,18	1461,14
	—	880,54	873,89
OH^-	3178,83	3571,36	3571,33

Gugus karbonat (CO_3^{2-}) di dalam hidroksiapatit yang disintesis dicurigai berasal dari karbon dioksida (CO_2) bebas yang ada di udara karena eksperimen pencampuran tidak memiliki penutup yang memadai. Karbon dioksida akan berkontak dengan aquades yang menjadi pelarut pada reaksi ini dan menghasilkan anion karbonat (CO_3^{2-}) dan masuk ke dalam kisi kristal dari hidroksiapatit. Karbonat yang masuk ke dalam kisi kristal akan mempengaruhi nilai rasio Ca/P dari hidroksiapatit dan juga bidang kristalnya. Ion karbonat yang masuk ke dalam kisi kristal hidroksiapatit akan menggantikan ion hidroksil (OH^-) atau fosfat (PO_4^{3-}) dan menghasilkan *carbonated*-HAp (CHAp) [Afshar *et al.*, 2003].

Spektrum gugus PO_4^{3-} terlihat pada semua sampel dengan kecuraman yang berbeda-beda. Gugus PO_4^{3-} didapati pada rentang gelombang $1100 - 960 \text{ cm}^{-1}$ dan $602 - 460 \text{ cm}^{-1}$. Kecuraman spektrum yang signifikan terlihat pada sampel ke 2 dan 3, sementara pada sampel 1 kecuraman yang signifikan hanya terlihat pada rentang $602 - 460 \text{ cm}^{-1}$. Nilai %*Transmittance* pada gugus $\nu_1\text{PO}_4^{3-}$ mengalami peningkatan seiring kenaikan nilai rasio Ca/P.

Pengaruh rasio Ca/P terhadap morfologi dari HAp yang dihasilkan diamati menggunakan analisa SEM

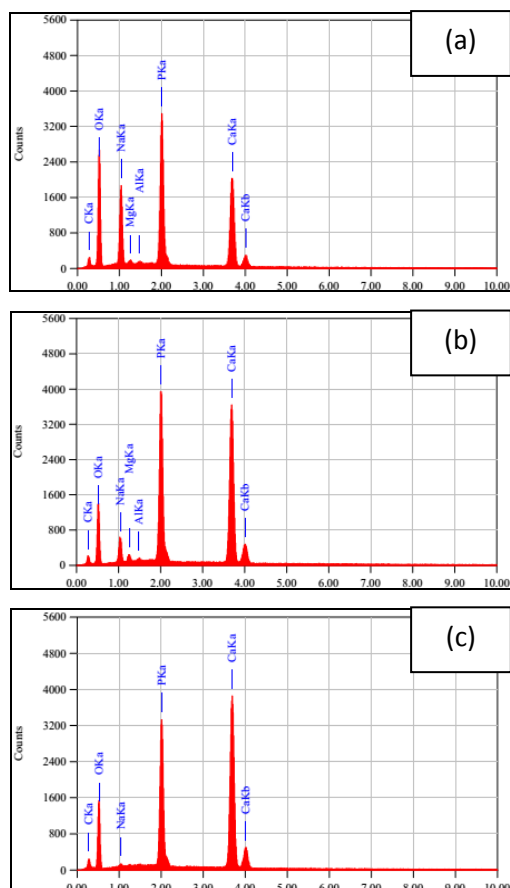
dengan perbesaran 10.000x dapat dilihat pada Gambar 3.2.

**Gambar 2.** Hasil analisa SEM HAp rasio Ca/P (a) 0,67, (b) 1,67 dan (c) 2,67.

Berdasarkan gambar 3.2 dapat dilihat bahwa partikel HAp pada rasio 0,67 berbentuk *irregular*, sedangkan pada rasio 1,67 dan 2,67 berbentuk granular mendekati bola. Ukuran partikel pada HAp dengan rasio Ca/P 0,67 lebih besar dari pada HAp dengan rasio Ca/P 1,67 dan 2,67. Berdasarkan penelitian Wang dkk (2010), partikel HAp berbentuk bola dengan ukuran 20-30 nm akan terbentuk pada pH 10 sedangkan pada Gambar 4.2 terlihat bentuk partikel mendekati bola

pada rasio 1,67 dan 2,67. Bentuk partikel pada rasio Ca/P 0,67 berbentuk *irreguler*, hal ini diperkirakan karena jumlah zat pengotor berupa Na dan Mg masih tinggi pada *starting material*.

Spektrum EDX dan persentase elemen-elemen dalam sampel HAp sintesis pada variasi rasio Ca/P dapat dilihat pada Gambar 3.3 dan Tabel 3.2.



Gambar 3. Spektrum EDX HAp rasio Ca/P (a) 0,67, (b) 1,67 dan (c) 2,67.

Berdasarkan Gambar 3.3, dapat dilihat bahwa selain puncak Ca, O, dan P pada HAp sintesis, juga terdapat puncak C, Na, Mg, dan Al. Elemen C hadir akibat pengaruh ion karbonat yang masuk ke dalam kisi kristal dari hidroksiapatit. Ion karbonat yang masuk ke dalam kisi kristal hidroksiapatit akan menggantikan ion hidroksil (OH^-) atau fosfat (PO_4^{3-}) dan menghasilkan *carbonated*-HAp (CHAp) [Afshar *et al.*, 2003]. Sedangkan hadirnya

elemen Na, Mg dan Al berasal dari pengotor pada *starting material*.

Tabel 3. Analisa % mol elemen HAp variasi rasio Ca/P.

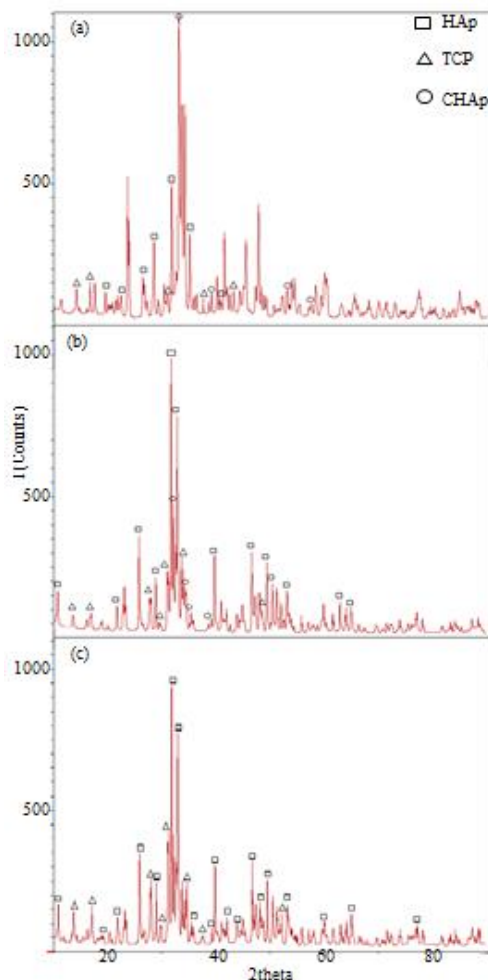
Rasio Ca/P	Elemen (% mol)		Ca/P akhir	$\Delta\text{Ca/P}$
	Ca	P		
0,67	17,68	14,10	1,25	0,58
1,67	34,38	17,41	1,97	0,3
2,67	37,05	14,64	2,53	-0,14

Nilai $\Delta\text{Ca/P}$ mengalami penurunan seiring menaikkan rasio Ca/P awal. Pada HAp rasio Ca/p 0,67 dan 1,67 mengalami peningkatan nilai rasio Ca/P akhir, hal ini disebabkan karena adanya absorpsi CO_2 yang sangat tinggi dari udara selama reaksi sehingga menghasilkan konsentrasi CO_3^{2-} lebih tinggi dalam reaksi pencampuran. Pada kandungan kalsium konstan, meningkatnya konsentrasi karbonat dalam reaksi pencampuran menyebabkan absorpsi ion fosfat terhambat sehingga rasio Ca/P meningkat [Shojai *et al.*, 2011]. Sedangkan untuk HAp dengan rasio Ca/P 2,67 mengalami penurunan nilai rasio Ca/P akhir, hal ini disebabkan karena ion Ca^{2+} mengikat kembali ion O^{2-} membentuk senyawa CaO.

Analisa XRD juga dilakukan untuk mengetahui pengaruh rasio Ca/P terhadap HAp yang dihasilkan. Pola XRD HAp sintesis dengan variasi rasio Ca/P yaitu 0,67; 1,67 dan 2,67 dapat dilihat pada Gambar 3.4.

Dari gambar 3.4 dapat dilihat bahwa HAp lebih dominan terdapat pada rasio Ca/P 1,67 kemudian diikuti oleh HAp dengan rasio Ca/P masing-masing 2,67 dan 0,67. Pada Gambar 4.4 HAp dengan rasio Ca/P 0,67, senyawa HAp tidak dominan muncul dan puncak-puncak HAp yang diperoleh mempunyai intensitas yang rendah pada sudut 2θ ; $25,909^\circ$; $32,497^\circ$ sedangkan puncak tertinggi pada sudut $31,172^\circ$ dimiliki oleh *carbonated*-HAp (CHAp) selain itu juga terdapat senyawa

lain yaitu TCP (trikalsium fosfat) dengan intensitas puncak yang rendah.



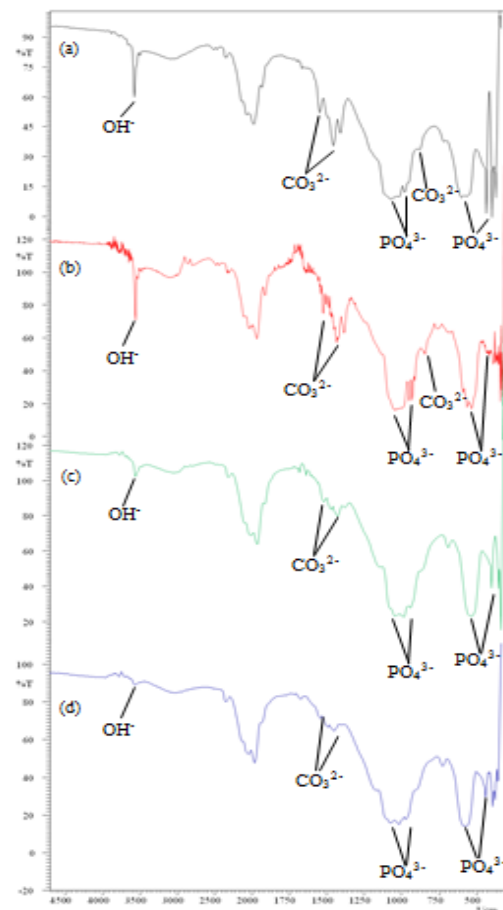
Gambar 4. Spektrum XRD HAp rasio Ca/P (a) 0,67, (b) 1,67 dan (c) 2,67.

Munculnya senyawa lain seperti CHAp karena dipengaruhi oleh adanya ion karbonat (CO_3^{2-}) sedangkan munculnya TCP akibat *thermal treatment* pada saat proses kalsinasi karbon dioksida berkontak dengan aquabides dan menghasilkan anion karbonat (CO_3^{2-}) dan masuk ke dalam kisi kristal dari HAp. HAp terdekomposisi menjadi fasa TCP. Grafik hasil uji XRD menunjukkan puncak-puncak yang masih lebar yang dimungkinkan karena ukuran kristalit yang kecil sehingga terjadi pelebaran puncak yang cukup besar sehingga tampak seperti amorf.

3.3 Pengaruh Konsentrasi H_3PO_4 Terhadap Karakteristik HAp

Analisa FTIR, XRD dan SEM-EDX dilakukan untuk mempelajari pengaruh dari konsentrasi H_3PO_4 terhadap karakteristik hidroksiapatit yang dihasilkan. Nilai variasi konsentrasi H_3PO_4 yang dilakukan adalah 0,6 M, 0,8 M, 1,2 M dan 2,4 M.

Pada gambar 3.5 dapat dilihat mengecilnya tingkat kecuraman pada pita antara $1700\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan pita dari karbonat. Untuk intensitas pita dari karbonat, pengurangannya terjadi karena karbonat yang ada di dalam kisi kristal HA mengalami penurunan. Berkurangnya karbonat disebabkan karena dekomposisinya menjadi gas CO_2 yang dibebaskan ketika proses kalsinasi.



Gambar 5. Spektrum FTIR HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 (a) 0,6 M, (b) 0,8 M, (c) 1,2 M dan (d) 2,4 M.

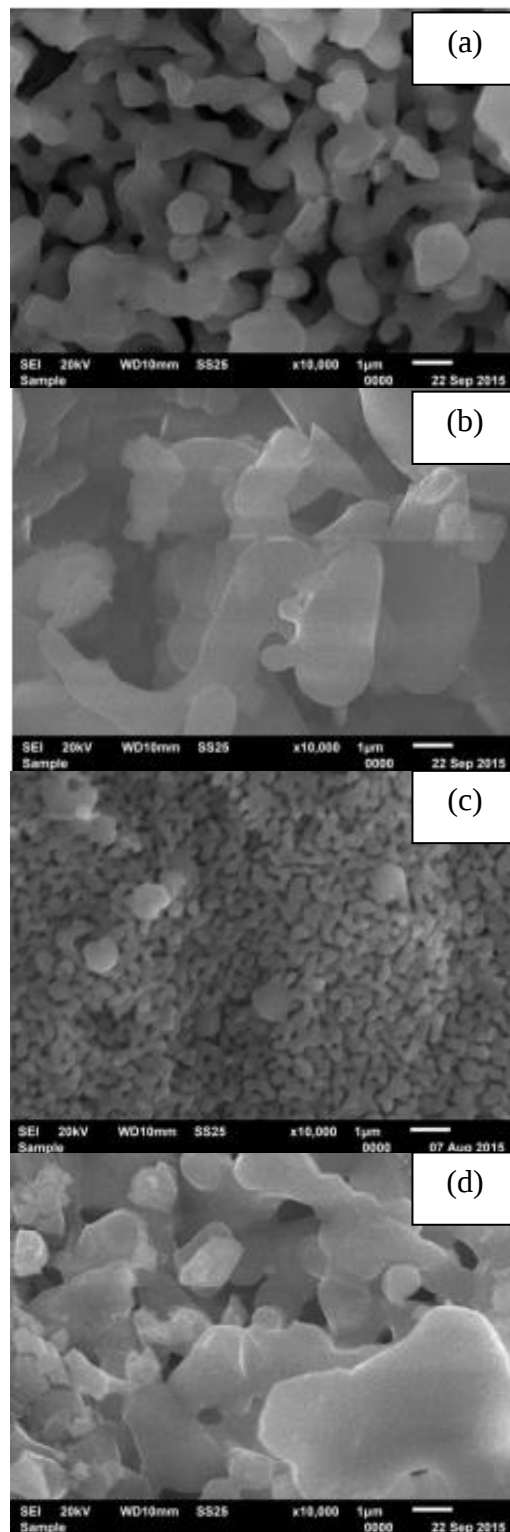
Tingkat kecuraman gugus OH^- cenderung turun seiring peningkatan konsentrasi H_3PO_4 , mungkin dikarenakan sampel HAp menyerap air di permukaannya. Hal ini dimungkinkan karena teknik penyimpanan sampel yang kurang baik yakni tidak menyertakan *silica gel* pada waktu penyimpanannya atau mungkin juga dikarenakan HA yang dihasilkan dari proses kalsinasi menjadi lebih higroskopis karena temperatur kalsinasi yang tinggi.

Tabel 4. Hasil uji analisa FTIR HAp dengan variasi konsentrasi H_3PO_4 .

Gugus	Wavenumbers (1/cm)			
	0,6 M	0,8 M	1,2 M	2,4 M
$\nu_1 \text{PO}_4^{3-}$	981,77	975,98	983,74	974,05
$\nu_2 \text{PO}_4^{3-}$	435,91	441,70	467,76	443,63
$\nu_3 \text{PO}_4^{3-}$	1053,13	1076,28	1077,33	1078,21
$\nu_4 \text{PO}_4^{3-}$	603,72	576,72	602,78	584,43
CO_3^{2-}	1548,84	1544,98	1546,98	1541,12
	1456,26	1454,33	1460,18	1452,40
	883,40	—	880,54	—
OH^-	3547,09	3572,17	3571,36	3570,24

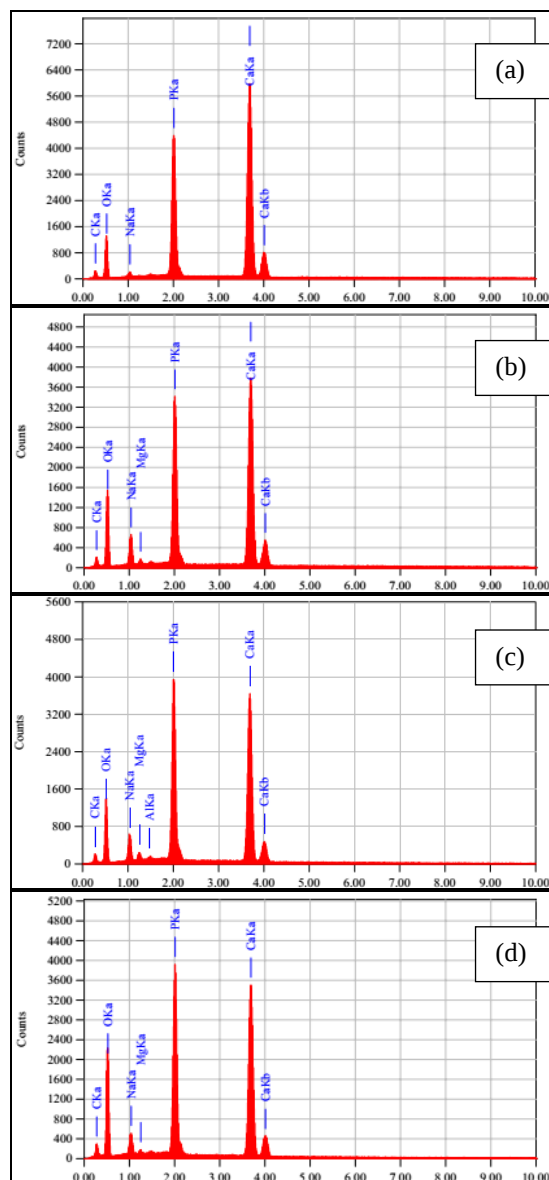
Pengaruh konsentrasi H_3PO_4 terhadap morfologi dari HAp yang dihasilkan diamati menggunakan analisa SEM dengan perbesaran 10.000x dapat dilihat pada Gambar 3.6.

Berdasarkan gambar 3.6 dapat dilihat bahwa partikel HAp pada konsentrasi H_3PO_4 0,6 M dan 1,2 M mendekati bentuk *sphere* (bulat) dan *regular* (teratur), sedangkan pada konsentrasi 0,8 M dan 2,4 M tampak morfologi yang tidak beraturan (*irregular*).



Gambar 6. Hasil analisa SEM HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 (a) 0,6 M, (b) 0,8 M, (c) 1,2 M dan (d) 2,4 M.

Spektrum EDX dan persentase elemen-elemen dalam sampel HAp sintesis pada variasi rasio Ca/P dapat dilihat pada Gambar 3.7 dan Tabel 3.4. Berdasarkan Gambar 3.7, dapat dilihat bahwa selain puncak Ca, O, dan P pada HAp sintesis, juga terdapat puncak C, Na, Mg, dan Al. Hadirnya elemen Na, Mg dan Al berasal dari pengotor pada *starting material*.



Gambar 7. Spektrum EDX HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 (a) 0,6 M, (b) 0,8 M, (c) 1,2 M dan (d) 2,4 M.

Pada semua HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 mengalami peningkatan nilai rasio Ca/P akhir dari rasio Ca/P awal yaitu 1,67. Hal ini disebabkan karena adanya absorpsi CO_2 yang sangat tinggi dari udara selama reaksi sehingga menghasilkan konsentrasi CO_3^{2-} lebih tinggi dalam reaksi pencampuran. Pada kandungan kalsium konstan, meningkatnya konsentrasi karbonat dalam reaksi pencampuran menyebabkan absorpsi ion fosfat terhambat sehingga rasio Ca/P meningkat [Shojai dkk, 2011]. Rasio Ca/P akhir pada HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 cenderung menurun seiring meningkatnya konsentrasi molar H_3PO_4 .

Tabel 5. Analisa % mol elemen HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 .

Konsentrasi H_3PO_4	Elemen (% mol)		Ca/P _{akhir}
	Ca	P	
0,6 M	48,36	16,29	2,96
0,8 M	37,38	15,64	2,39
1,2 M	34,38	17,41	1,97
2,4 M	28,28	14,18	1,99

Analisa XRD juga dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi molar H_3PO_4 terhadap HAp yang dihasilkan. Pola XRD HAp sintesis dengan variasi konsentrasi molar H_3PO_4 yaitu 0,6; 0,8; 1,2 dan 2,4 M dapat dilihat pada Gambar 3.8.

Dari gambar 3.8 dapat dilihat bahwa HAp lebih dominan terdapat pada konsentrasi H_3PO_4 0,8 dan 1,2 M. Pada Gambar 3.8 HAp dengan konsentrasi H_3PO_4 0,6 dan 2,4 M senyawa HAp tidak dominan muncul dan puncak tertinggi dimiliki oleh TCP (trikalsium fosfat) dan *carbonated*-HAp (CHAp). Munculnya senyawa TCP dipengaruhi oleh *thermal*

treatment pada saat proses kalsinasi karbon dioksida berkontak dengan aquades dan menghasilkan anion karbonat (CO_3^{2-}) dan masuk ke dalam kisi kristal dari HAp. HAp terdekomposisi menjadi fasa TCP.

Munculnya senyawa CHAp dipengaruhi oleh adanya ion karbonat (CO_3^{2-}), karbonat yang masuk ke dalam kisi kristal akan mempengaruhi nilai rasio Ca/P dari HA dan juga bidang kristalnya. Ion karbonat yang masuk ke dalam kisi kristal HA akan menggantikan ion hidroksil (OH^-) atau fosfat (PO_4^{3-}) dan menghasilkan *carbonated*-HAp (CHAp) seperti yang dipaparkan oleh Afshar *et al.* Meskipun faktor utama dari masuknya ion karbonat ke dalam kisi kristal disebabkan karena reaksi pencampuran prekursor dilakukan di udara terbuka, kemungkinan ada faktor lain yang juga ikut andil dalam memberikan kesempatan bagi ion karbonat untuk masuk ke dalam kisi kristal HA. Laju penambahan asam yang lambat menyebabkan bergabungnya karbonat dengan struktur apatit [Salma *et al.*, 2010].

4. Kesimpulan dan Saran

4.1 Kesimpulan

Hidroksiapatit dapat disintesis dari tulang sapi sebagai bahan baku dengan menggunakan metode presipitasi.

Pada HAp variasi rasio Ca/P menunjukkan peningkatan nilai %*Transmittance* pada gugus $\nu_1\text{PO}_4^{3-}$ seiring kenaikan nilai rasio Ca/P. Pada hidroksiapatit variasi konsentrasi H_3PO_4 cenderung menunjukkan pengurangan tingkat kecuraman pada pita OH^- dan CO_3^{2-} seiring kenaikan konsentrasi H_3PO_4 .

Partikel HAp pada rasio 0,67 berbentuk irregular, sedangkan pada rasio 1,67 dan 2,67 berbentuk granular mendekati bola. Pada partikel HAp variasi konsentrasi H_3PO_4 0,6 M dan 1,2 M mendekati bentuk sphere (bulat) dan reguler (teratur), sedangkan pada konsentrasi 0,8 M dan 2,4 M tampak morfologi yang tidak beraturan (irregular).

Pada hidroksiapatit variasi rasio Ca/P, selisih rasio Ca/P akhir dan awal mengalami penurunan seiring kenaikan rasio Ca/P awal. Pada hidroksiapatit variasi konsentrasi H_3PO_4 rasio Ca/P akhir cenderung menurun seiring peningkatan konsentrasi H_3PO_4 .

Hidroksiapatit lebih dominan terdapat pada rasio Ca/P 1,67 kemudian diikuti oleh HAp dengan rasio Ca/P masing-masing 2,67 dan 0,67. Pada variasi konsentrasi H_3PO_4 , HAp lebih dominan terdapat pada konsentrasi H_3PO_4 0,8 dan 1,2 M. Sedangkan pada konsentrasi H_3PO_4 0,6 dan 2,4 M senyawa HAp tidak dominan muncul dan puncak tertinggi dimiliki oleh TCP (trikalsium fosfat) dan *carbonated*-HAp (CHAp).

4.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya, disarankan untuk melakukan proses eliminasi komponen pengotor pada *starting material*, proses inertisasi sehingga proses pencampuran bebas dari kontaminan dari udara luar dan penyimpanan sampel menggunakan *silica gel*.

5. Daftar Pustaka

- Afshar, A., Ghorbani, M., Ehsani, N., Saeri, M. R. & Sorrell, C. C. *Some important factors in the wet precipitation process of hydroxyapatite*. Materials & Design, 24, 3 (2003), 197-202.
- Ramanan S. R., Venkatesh R. 2004. *A Study of Hydroxyapatite Fibers Prepared via Sol-gel Route*. Materials Letters 58(26): 3320–3323.
- Costescu A., Ciobanu C. S., Iconaru S. L. 2013. *Fabrication, Characterization, and Antimicrobial Activity, Evaluation of Low Silver Concentrations in Silver-doped Hydroxyapatite Nanoparticles*. Journal of Nanomaterials ID 194854.

- Dahlan K., Prasetyanti F., Sari Y. W. 2009. *Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Menggunakan Dry Metode*. Jurnal Biofisika 5(2): 71-78.
- Passuti N. 1999. *New Concepts in Bone Substitution*. The British Editorial Society of Bone and Joint Surgery. London: UK.
- Suryadi. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*. Universitas Indonesia: Jakarta.
- Dasgupta, P., Singh, A., Adak, S., & Purohit, K. M. 2004. *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Produced From Eggshell*. International Symposium of Research Students on Materials Science and Engineering, 1-6.
- Shojai, M. S., Atai, M., & Nodehi, A. 2011. *Design of Experiments (DOE) for the Optimization of Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite Nanoparticles*. Journal of Brazil Chemical Society, 123, 2196-2203.
- Salma, K., Cimdina B. L., Natalija B. *Calcium Phosphate Bioceramics Prepared from Wet Chemically Precipitated Powders*. Processing and Application of Ceramics, 42(10), 45-51.