

Efek Temperatur Terhadap Bentuk Partikel Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)* Kulit Telur Itik Melalui Metode Presipitasi

¹⁾Muhamad Adrian Tanjung, ²⁾Yelmida A, ²⁾Komalasari

¹⁾Mahasiswa Program Studi Sarjana Teknik Kimia ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia,
Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
muhamad.adrian@student.unri.ac.id

ABSTRACT

Hydroxyapatite ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) is the most stable form of calcium phosphate, which is widely used in various medical applications, mainly in orthopedics and dentistry due to its similarities with inorganic mineral component of bone and teeth. However, in spite of chemical similarities, mechanical performance of synthetic hydroxyapatite is very poor compared with that of natural bone. It is possible to improve the properties of hydroxyapatite ceramics by controlling important parameters of powder precursors such as particle size, particle shape and agglomeration. Generally, natural or synthesized hydroxyapatite particles have rod-like and spherical-like. Different shapes of hydroxyapatite will affect biological response to human body, and the adaptation of osteoblast with hydroxyapatite. In this work, the synthesis of hydroxyapatite with various shapes has been done successfully with the aid of precipitation method, by controlling the temperature. Spherical-like hydroxyapatite was synthesized at 30°C, rod-like hydroxyapatite was synthesized at 50°C and 70°C, and needle-like hydroxyapatite was synthesized at 90°C. FTIR analysis showed that the apatite compound has been formed with the absorption of PO_4^{3-} and OH^- ion at the wave number 1027.64, 1026.96, and 3301.69 cm^{-1} . XRD analysis showed the similarities with standard hydroxyapatite ICDD 01-074-0566. The degree of crystallinity will be higher as long as temperature increased.

Keywords: hydroxyapatite, particle shape, duck eggshells, temperature, precipitation method

1. PENDAHULUAN

Penerapan biomaterial dalam cakupan biomedikal telah mendapat perhatian yang besar dalam penelitian belakangan ini. Biomaterial merupakan material sintesis yang dipakai untuk mengganti bagian dari sistem hidup atau berfungsi secara terikat dengan jaringan hidup. Biomaterial digunakan untuk penanganan kasus kerusakan tulang yang sering terjadi sebagai akibat fraktur dengan cara pembedahan ataupun pencangkokan, dan salah satu biomaterial tersebut adalah hidroksiapatit (Yahya, 2016).

Sebagai mineral utama penyusun tulang dan gigi, hidroksiapatit sintetis tidak menunjukkan efek beracun. Hidroksiapatit

mempunyai sifat biokompatibilitas yang sangat baik dengan jaringan keras dan dengan kulit maupun otot. Selain itu, hidroksiapatit dapat berikatan langsung dengan tulang atau bersifat osteokonduktif dengan mineral tulang alami, sehingga bisa digunakan sebagai pengganti jaringan keras manusia. Hidroksiapatit sintetis dikenal sebagai salah satu bahan implan yang penting karena mempunyai sifat bioaktif, dan biokompatibel yang baik (Mobasherpour dkk, 2007).

Meskipun kesamaan struktur kimia antara tulang manusia dengan hidroksiapatit, kinerja mekanis dari hidroksiapatit sangat rendah jika

dibandingkan dengan tulang manusia. Dalam kata lain, mineral tulang manusia menunjukkan bioaktifitas yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan hidroksiapatit sintetis. Maka, hidroksiapatit tidak sesuai untuk diaplikasikan sebagai daya dukung beban yang tinggi untuk tulang dan gigi buatan. Peningkatan beberapa sifat hidroksiapatit dengan mengontrol beberapa parameter penting seperti ukuran partikel, bentuk partikel, dan aglomerasi dapat meningkatkan mutu dari hidroksiapatit itu sendiri (Sriprapha dkk, 2011). Pada umumnya, hidroksiapatit sintetis hanya berbentuk seperti batang (*rod-like*) dan bentuk bola (*spherical-like*). Perbedaan bentuk partikel hidroksiapatit akan mempengaruhi respon biologis dari dalam tubuh, *cytotoxicity* serta berpengaruh pada ukuran dan morfologi dari hidroksiapatit serta adaptasi sel tulang dengan hidroksiapatit itu sendiri (Zhao dkk, 2012).

Produksi telur itik di Indonesia pada tahun 2017 mencapai 308.550 ton (Direktorat Jenderal Peternakan, 2018). Berat cangkang telur itik rata-rata adalah 12% dari berat telurnya sehingga setiap tahunnya akan dihasilkan cangkang telur itik sekitar 37.026 ton. Pemanfaatan cangkang telur itik masih belum maksimal, karena selama ini cangkang telur itik hanya dimanfaatkan untuk bahan kerajinan, untuk membuat tepung karabang, dan campuran pakan ternak (Zakaria, 2013). Untuk meningkatkan nilai ekonomis dari cangkang telur itik, salah satu usaha yang dapat dilakukan adalah memanfaatkan kandungan kalsium dalam cangkang telur itik sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit.

Berbagai metode telah dikembangkan untuk mensintesis bubuk hidroksiapatit, seperti presipitasi (Rujitanapanich dkk, 2014), *hot plate heating* (Macha dkk, 2013), dan hidrotermal dengan jalur PCC (Azis dkk, 2015; Yahya, 2016). Dalam penelitian ini, hidroksiapatit akan disintesis dengan metode presipitasi menggunakan bahan dasar cangkang telur itik sebagai sumber

kalsium. Sintesis dilakukan melalui pembentukan PCC, karena Azis, dkk (2015) melaporkan bahwa PCC mempunyai ukuran partikel yang sangat halus dan seragam serta kemurniannya mencapai 99%. Diharapkan hidroksiapatit yang dihasilkan mempunyai kemurnian tinggi sehingga dapat diaplikasikan dalam bidang biomedik sebagai *filler* atau bahan implan tulang.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

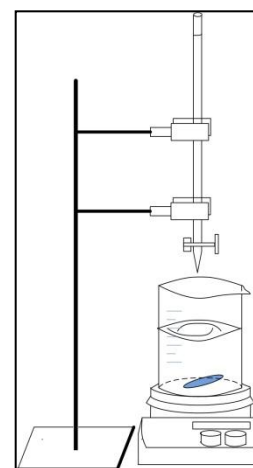
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan baku cangkang telur itik sebagai sumber Ca yang didapat di daerah Pekanbaru, HNO_3 0.3 M sebagai pelarut PCC, NH_4OH 33%, gas CO_2 , kertas pH, aquades dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 99%.

2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer 2 liter, corong, kertas saring, kertas pH, gelas piala 500 ml, buret, cawan penguap, *magnetic stirrer*, *furnace*, *oven*, ayakan 100-120 mesh, lumpang, timbangan analitik, *hot plate*.

2.3 Variabel

Variabel berubah pada penelitian ini adalah suhu reaksi pada suhu 30, 50, 70, 90°C.



Gambar 1. Rangkaian Alat Sintesis Hidroksiapatit

2.4 Prosedur Penelitian

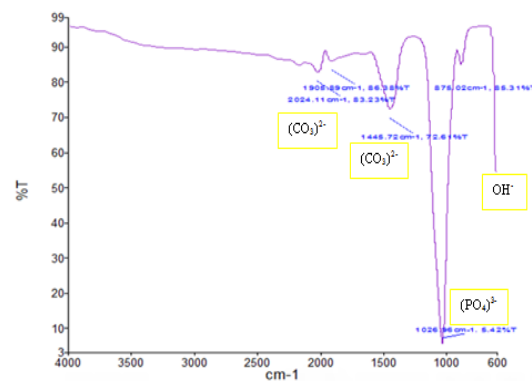
Tahap sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi ini dilakukan dengan mencampurkan PCC dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan, selama 24 jam, waktu *aging* 24 jam dan pH 11. PCC dilarutkan di dalam HNO_3 , sementara $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dilarutkan dengan aquadest. Selanjutnya larutan PCC dan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ yang berada di buret tadi dicampurkan dan diaduk selama 24 jam dengan kecepatan putar pengaduk 300 rpm, pH 11 dan dengan variasi suhu reaksi 30, 50, 70, 90°C . Selanjutnya larutan di *aging* selama 24 jam pada suhu kamar. Kemudian larutan di saring dan di cuci dengan *aquadest* hingga pH netral guna memisahkan hidroksiapatit hasil sintesis dari sisa reaktan sehingga hasil yang didapat lebih murni dan dapat dikarakterisasi lebih lanjut. Endapan yang didapat dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C dan ditimbang hingga beratnya konstan. Hidroksiapatit di sintering selama 1 jam pada suhu 500°C

2.5 Hasil dan Pembahasan

Sintesis HAp dari PCC cangkang telur itik melalui proses presipitasi dengan variasi suhu reaksi 30, 50, 70, 90°C . HAp hasil sintesis dianalisa dengan beberapa karakterisasi yaitu FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa hasil sintesis, SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan bentuk partikel suatu sampel, XRD untuk menentukan ukuran, dan jenis kristal.

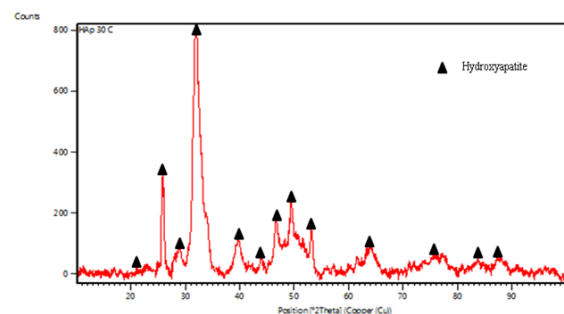
Pada analisis FTIR yang berfungsi mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel memperlihatkan gugus fungsi antara lain PO_4^{3-} , OH^- , dan CO_3^{2-} dalam *range* 4000 hingga 600 cm^{-1} . Pada hidroksiapatit yang disintesis pada suhu 90°C ditemukan pita serapan gugus PO_4^{3-} pada $1026,96\text{ cm}^{-1}$ dan sesuai dengan *range* gugus PO_4^{3-} pada $1020\text{-}1120\text{ cm}^{-1}$ yang telah dikemukakan oleh Cimдина dan Borodajenko (2012). Mode vibrasi gugus PO_4^{3-} yang terbentuk yaitu bentuk pita ν_3

yang tidak simetri yang merupakan tanda bahwa senyawa hidroksiapatit yang dihasilkan tidak seluruhnya dalam bentuk *amorf*. Pita serapan gugus OH^- ditemukan pada 630 cm^{-1} . Pita serapan gugus CO_3^{2-} masih ditemukan pada $1445,72\text{ cm}^{-1}$. Walendra (2012) menyatakan gugus PO_4^{3-} dan OH^- yang muncul dengan puncak yang lebih tajam menandakan intensitas absorpsi yang lebih tinggi. Semakin tinggi intensitas absorpsi, semakin banyak kandungan PO_4^{3-} dan OH^- sehingga tingkat kristalinitas semakin bagus, yang artinya hidroksiapatit yang didapat semakin baik.



Gambar 2. Spektrum FTIR HAp Hasil Sintesis

Untuk mengetahui jenis, ukuran dan struktur kristal senyawa apatit yang diperoleh, maka dilakukan analisis selanjutnya menggunakan difraksi sinar-X. Hasil difraktogram XRD menunjukkan serapan pada sudut 2θ yang mirip dengan pola spektrum XRD hidroksiapatit standar dari data ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) 01-074-0566 pada sudut 2θ : $31,6708^\circ$; $25,8269^\circ$; $49,4182^\circ$; $39,7783^\circ$; $46,6755^\circ$



Gambar 3. Difraktogram HAp Hasil Sintesis

Untuk mengetahui morfologi dari senyawa hidroksiapatit hasil sintesis pada dilakukan analisis lanjutan menggunakan SEM-EDX. Hasil citra SEM dapat dilihat bahwa pada suhu 30°C bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan berbentuk bola (*spherical*). Pada suhu 50°C dan 70°C bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan berbentuk batang (*rod*). Pada suhu 90°C bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan berbentuk jarum (*needle*). Bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan sesuai dengan hasil penelitian Sriprapha, dkk. (2011).

Seperti teori yang telah dijelaskan sebelumnya oleh Randolph dan Larson (1986), bahwa pembentukan partikel hidroksiapatit terbentuk pada tahapan pertumbuhan sekunder. Perubahan bentuk partikel hidroksiapatit pada tahapan tersebut dipengaruhi oleh faktor lingkungan, yang mana pada penelitian ini temperatur reaksi menjadi faktor perubah bentuk partikel hidroksiapatit.

Peningkatan suhu reaksi menyebabkan partikel-partikel zat bergerak lebih aktif, sehingga tumbukan antar partikel terjadi lebih banyak dan lebih efektif. Perubahan partikel hidroksiapatit dari bentuk *spherical-like* ke bentuk *needle-like* seiring peningkatan suhu reaksi dalam medium basa pada penelitian ini sesuai dengan teori yang telah dinyatakan oleh Kumar, dkk (2004). Perubahan aspek rasio panjang dan diameter hidroksiapatit akan berkurang seiring peningkatan suhu reaksi jika reaktan yang digunakan adalah garam $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. Pada penelitian ini partikel hidroksiapatit yang dihasilkan seiring peningkatan suhu akan berubah dari bentuk *spherical-like* ke bentuk *needle-like*, dimana terjadi proses elongasi partikel, dan pengurangan diameter partikel hidroksiapatit

3. KESIMPULAN

Hidroksiapatit berbagai bentuk telah berhasil disintesis dari *Precipitated*

Calcium Carbonate cangkang telur itik dengan menggunakan metode presipitasi. Hidroksiapatit yang dihasilkan memiliki hasil dan pola FTIR, XRD, dan SEM yang mirip dengan hidroksiapatit standar. Bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan pada suhu 30°C berbentuk *spherical-like*, pada suhu 50°C dan 70°C berbentuk *rod-like*, pada suhu 90°C berbentuk *needle-like*.

DAFTAR PUSTAKA

- Afshar, A., M. Ghorbani., N. Ehsani, M. R. Saeri, dan C.C. Sorrell. 2003. Some Important Factors in The Wet Precipitation Process of Hydroxyapatite. *Materials and Design*. 24 (1) : 197-202
- Agustiyanti, R. D. 2018. Sintesis Hidroksiapatit dari PCC Cangkang Telur Ayam Ras Melalui Metode Presipitasi dengan Variasi pH dan Kecepatan Pengadukan. *Jurnal Online Mahasiswa*. Universitas Riau. Pekanbaru
- Ahn, J.W., J.H. Kim, H.S. Park, J.A. Kim, C. Han dan H. Kim. 2005. Synthesis Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate In $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-Na}_2\text{CO}_3\text{-NaOH}$ Reaction System. *Journal of Chemical Engineering* 22(6): 852-856.
- Azis, Y., N. Jamarun., S. Arief dan H. Nur. 2015. Facile Synthesis of Hydroxyapatite Particles from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hydrothermal Method. *Journal of Chemical Engineering* 31(2): 110-115
- Jamarun, N., Yulfitri, dan S. Arief. 2007. Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batu Kapur dengan Metoda Kaustik Soda. *Jurnal Riset Kimia*. 1 (1) : 20-24
- Randolph, A. D., dan M. A. Larson. 1986. *Theory of Particulate Processes : Analysis and Techniques of Continuous Crystallization*. Academic Press. New York.

- Walendra, Y. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Berpori dari Cangkang Kerang Darah dengan Porogen Lilin Lebah. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor. Bogor
- Yahya, M. 2016. Sintesis Hidroksiapatit Dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam Melalui Proses Hidrotermal dengan Variasi Rasio Ca/P dan Suhu Reaksi. *Jurnal Online Mahasiswa*. Universitas Riau. Pekanbaru
- Zakaria. 2013. Pemanfaatan Kulit Telur dan Air Cucian Beras dengan Penambahan CMA pada Media Tanaman untuk Pertumbuhan Tanaman Tomat (*Solanum lycopersicum*). *Skripsi*. Universitas Muhammadiyah Surakarta. Surakarta.
- Zhao, X., S.X. Ng, B. C. Heng, J. Guo, L. L. Ma, T. T. Y. Tan, K. W. Ng, dan S.C.J. Loo. 2012. Cytotoxicity of Hydroxyapatite Nanoparticles is Shape and Cell Sependent. *Journal of Biomaterials*. 19 (12) : 1 - 16.