

Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Terumbu Karang Melalui Proses *Sol Gel* dengan Variasi Rasio Ca/P dan Waktu Aging

Shoumi Zarkasi¹⁾, Yelmida A²⁾, Ahmad Fadli³⁾

¹⁾Program Studi Teknik Kimia Universitas Riau,
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

²⁾Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

Email : shoumizarkasi@gmail.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite is a bioceramics that is widely used as bone and dental grafting material, catalysts and adsorbents. Hydroxyapatite is a calcium phosphate compound that can be synthesized from natural ingredients with calcium content such as coral reefs. Coral reefs have a CaCO₃ content of 94.6%. This study aims to synthesize hydroxyapatite through the formation of Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from coral reefs. The research procedure begins with the coral calcination process to form CaO which is then used as PCC by carbonation method. PCC as a source of calcium was synthesized into hydroxyapatite using sol gel process with variations in Ca / P ratio (1.67; 1.77) and aging time (20; 24; 28; 32; 36 hours). Synthesized hydroxyapatite was analyzed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive X-Ray (EDX) and Brunaur, Emmett and Teller (BET). FTIR analysis results showed that in each sample there were PO₄³⁻ and OH groups which indicated calcium phosphate compounds had formed. XRD analysis results showed the formation of hydroxyapatite compounds from an angle of 2 θ which corresponds to the data (ICDD 01-073-6113). Hydroxyapatite synthesized in the ratio of Ca / P 1.77 and aging time of 20 hours gave the best results with hexagonal crystal structure, crystal size of 10.08 nm, surface area of 90.413 m² / g and mole ratio of Ca / P 1.71.

Keywords : aging, carbonation, PCC, sol-gel method.

1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan Negara kepulauan yang terdiri dari pulau-pulau dengan dikelilingi oleh lautan yang luas. Luas laut Indonesia hampir mencapai dua pertiga luas wilayah Indonesia. Laut yang menyimpan kekayaan sumber daya hayati maupun non hayati perlu dikelola dengan baik agar bisa dimanfaatkan secara optimal agar memberikan manfaat yang besar bagi kesejahteraan rakyat Indonesia. Letak Indonesia yang berada di kawasan tropis memungkinkan ekosistem di laut dangkal seperti terumbu karang untuk tumbuh berkembang. Terumbu karang merupakan

salah satu potensi kekayaan laut Indonesia. Berdasarkan kebijakan satu peta (one map only) yang diamanatkan dalam UU No. 4 tahun 2011, dirilis bahwa luas terumbu karang di Indonesia berdasar analisis dari citra satelit adalah sekitar 2,5 juta hektar. Sebanyak 569 jenis terumbu karang atau sekitar 67 % dari 845 total spesies terumbu karang dunia (Giyanto dkk, 2017). Namun, banyak terumbu karang di Indonesia yang mengalami kerusakan. Menurut data dari Program Rehabilitasi dan Pengelolaan Terumbu Karang di Indonesia atau Coral Reef Rehabilitation Management Program Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (COREMAP LIPI), hanya 6,39 % terumbu

karang yang ada di Indonesia berpredikat sangat baik. Sedangkan terumbu karang yang rusak sebesar 35,15 %.

Tabel 1.1 Luas Terumbu karang di Indonesia

No	Regional	Luas (Ha)
1	Bali	8,837
2	Jawa	67,869
3	Kalimantan	119,304
4	Maluku	439,110
5	Nusa Tenggara	272,123
6	Papua	269,402
7	Sulawesi	862,627
8	Sumatera	478,587
Total		2,517,858

Sampai saat ini pemanfaatan terumbu karang yang rusak belum optimal. Melihat hal tersebut, perlu dilakukan upaya untuk pemanfaatan terumbu karang yang rusak agar terumbu karang yang rusak tersebut dapat bernilai ekonomis. Karena memiliki kandungan kalsium karbonat yang tinggi yaitu sebanyak 94,5 %, maka terumbu karang dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar dalam sintesis hidroksiapatit. (Azis, 2015).

Hidroksiapatit (HAp) adalah sebuah molekul kristalin yang tersusun dari fosfor dan kalsium dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit merupakan biokeramik yang sering digunakan dalam aplikasi medis sebagai alternatif pengganti jaringan tulang karena senyawa ini memiliki komposisi dan kristalinitas yang mirip dengan tulang manusia. Disamping itu, hidroksiapatit juga telah banyak diaplikasikan sebagai katalis dan adsorben karena struktur penyusunnya yang berpori, inert, awet dan dapat berfungsi sebagai penukar kation (Azis dkk, 2015).

Sintesis Hidroksiapatit dari bahan alam telah banyak dilakukan diantaranya dari bahan kerang (Azis dkk, 2015 ; Muntamah, 2011), coral (Meliana 2010 ; Bingol dkk 2012), cangkang telur ayam ras (Adrian, 2017 ; Alpina, 2017). Pada penelitian ini, penulis memanfaatkan terumbu karang sebagai sumber kalsium

pada sintesis Hidroksiapatit. Sintesis Hidroksiapatit dilakukan melalui jalur pembentukan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari bahan dasar terumbu karang. PCC memiliki keistimewaan seperti ukuran partikel yang kecil, homogen dan memiliki kemurnian yang tinggi (Jamarun, 2007). Pada penelitian ini, peneliti akan menggunakan Terumbu karang pada sintesis HAp. Terumbu karang diketahui mengandung kadar kalsium yang cukup tinggi dalam bentuk kalsium karbonat, CaCO_3 , sehingga dapat digunakan sebagai sumber kalsium pada sintesis HAp.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

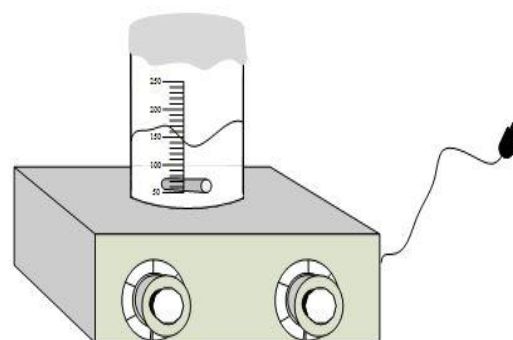
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan baku Terumbu Karang sebagai sumber Ca yang didapat di daerah Pantai Padang, HNO_3 0.3 M sebagai pelarut PCC, NH_4OH 33%, gas CO_2 , kertas pH, aquades dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 99%.

2.2 Alat

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

2.3 Variabel

Variabel berubah pada penelitian ini adalah rasio Ca/P 1,67; 1,77 dan waktu *aging* 20; 24; 28; 32; 36 jam.



Gambar 1. Rangkaian Alat Hidroksiapatit

2.4 Prosedur Penelitian

Tahap sintesis hidroksiapatit dengan metode sol gel ini dilakukan dengan mencampurkan PCC yang dilarutkan dalam larutan HNO_3 0,3 M dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan pH 9 menggunakan NH_4OH 33%. Sebanyak 5 gram PCC dilarutkan di dalam HNO_3 0,3 M 200 ml, sementara $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dilarutkan dengan 200 ml aquadest. Selanjutnya larutan PCC dan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ tadi dicampurkan dengan rasio Ca/P 1,67 dan 1,77. Proses pencampuran ini dilakukan didalam gelas beaker sambil diaduk dengan kecepatan pengdukan 400 rpm. dengan variasi rasio mol Ca/P 1.67 dan 1,77. Selanjutnya larutan di aging dengan variasi waktu aging selama 20, 24, 28, 32, dan 36 jam. Setelah proses aging, akan terbentuk gel. Tahap berikutnya adalah pengeringan gel, dilakukan dalam oven pada suhu 80°C selama 24 jam. 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 selama satu jam.

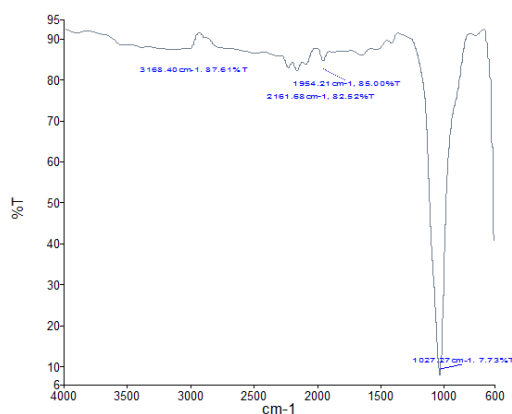
2.5 Hasil dan Pembahasan

Sintesis HAP dari PCC cangkang telur ayam melalui proses *sol gel* dengan variasi rasio Ca/P 1,67; 1,77 dan waktu *aging* 20; 24; 28; 32; 36 jam. 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 senyawa, XRD untuk menentukan ukuran, dan jenis kristal serta BET untuk menganalisa luas permukaan HAP.

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} . Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAP standar yaitu gugus fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 964 cm^{-1} dan $1156\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$, gugus hidroksil (OH^-) pada bilangan gelombang 635 cm^{-1} dan $3800\text{--}2600\text{ cm}^{-1}$, gugus karbonat (CO_3^{2-}) pada bilangan gelombang 1386 cm^{-1} , 1417 cm^{-1} , 1635 cm^{-1} , 1997 cm^{-1} , dan 2359 cm^{-1} , dan gugus hidrogen fosfat (HPO_4^{2-}) pada bilangan gelombang 875 cm^{-1} (Cimdina, 2012).

Pada sampel HAP yang disintesis juga terdapat gugus PO_4^{3-} yang muncul pada gelombang $1027,27\text{ cm}^{-1}$. Hal ini sesuai dengan Cimdina & Borodajenko (2012) yang menyatakan bahwa range untuk PO_4^{3-} berada pada gelombang 964 cm^{-1} dan $1156\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$.

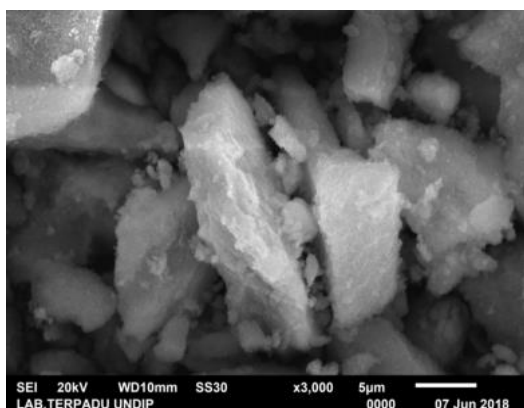


Gambar 2. Spektrum FTIR HAP Hasil Sintesis

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 JCPDS 01-086-0740 (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) pada sudut 2θ : 31.741° , 32.868° , 34.0457° , 39.755° , 46.662° , 49.463°

Untuk mengetahui morfologi dari senyawa hidroksiapatit hasil sintesis pada dilakukan analisis lanjutan menggunakan SEM-EDX. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa morfologi berupa

aglomerat atau penggumpalan. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Hui dkk, (2010), dimana partikel yang diamati berbentuk agglomerate. Rasio akhir Hidroksiapatit hasil sintesis berdasarkan data EDX adalah sebesar 1,71.



Gambar 3. Foto SEM HAp Hasil Sintesis

Untuk mengetahui luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan maka dilakukan uji *surface area analysis* dengan BET. Berdasarkan uji BET maka di dapat luas permukaan hidroksiapatit hasil sintesis yaitu $90,413 \text{ m}^2/\text{g}$

DAFTAR PUSTAKA

- 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.
- Anuar, A., M.N.A. Salimi, M. Zulkali, M. Daud dan Y.F. Yee. 2013.Characterizations Of Hydroxyapatite (Hap) Nanoparticles Produced By Sol-Gel Method, in *Special issue for international conference of advanced materials engineering and technology*.Advances in Environmental Biology. Bandung, Indonesia. pp 3587-3590.
- Agrawal, K.,G.Singh, D.Puri, S.Prakash, 2011. Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Sol-Gel Method for

Biomedical Application.*Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering* 10(8): 727-734.

- Azis, Y., N. Jamarun., S. Arief dan H. Nur. 2015. Facile Synthesis of Hidroxyapatite Particels from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hidrothermal Method. *Journal of Chemical Engineering* 31(2): 110-115.
- Cimdina, L. G., Borodajenko, N. 2012. *Research of Calcium Phosphates Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. InTech, Institute of General Chemical Engineering, Riga Technical University, Latvia.
- Hui, P., S. L. Meena, G. Singh , R. D. Agarawal, dan S. Prakash. 2010. Synthesis of Hydroxyapatite Bio-Ceramic Powder by Hydrothermal Method. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 9(8): 683-692