

Sintesis Hidroksiapatit Dari Kulit Kerang Darah Dengan Metode Hidrotermal Suhu Rendah

Ikhbal Muhara¹⁾, Dr. Ahmad Fadli, MT²⁾, Dr. Fajril Akbar, MSI³⁾

¹⁾Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya JL. HR. Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293
Email: ikhbal.muhara24@yahoo.com

ABSTRACT

Synthesis of hydroxyapatite from sea shells has been successfully done by the low temperature hydrothermal method. The purpose of research is to determine the effect of temperature calcination and holding time on the hydroxyapatite properties. Firstly, sea shells were calcined at 1000°C for 24 hours for producing CaO. And then 55.63 grams of $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ was dissolved in 600 mL of distilled water and then 45.91 grams of CaO added into the solution until formed a slurry. Subsequently, the slurry was dried in an oven at 120°C for 15 hours. The dried slurry was crashed and calcined at temperature of 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C and holding time of 0.5 hours, 1 hour, 1.5 hours and 2 hours. The results showed that the diameter of the crystal at the temperature calcination of 700°C is 52.87 nm, while the diameter of the crystal at temperature of 800°C is 52.17 nm. The diameter of the crystal at temperature of 900°C and 1000°C are 51.32 and 50.09 nm respectively. Functional groups of PO_4^{3-} and OH are detected in the obtained hydroxyapatite.

Keywords: Hydroxyapatite, Hydrothermal, Sea Shells and Crystal Diameter

1. Pendahuluan

Kebutuhan tulang implan untuk pasien yang mengalami kerusakan tulang semakin meningkat. Kerusakan tulang tersebut dapat disebabkan oleh kecelakaan lalu lintas, kecelakaan kerja dan osteoporosis. Selain itu, bencana alam seperti tertimpa reruntuhan bangunan ketika terjadi gempa bumi dapat juga menjadi penyebab bertambahnya pasien yang memerlukan tulang implan. [Lane, 2001]. Tulang adalah jaringan yang berfungsi sebagai rangka, penyokong dan pelindung organ tubuh serta sebagai penghubung antar otot sehingga memungkinkan terjadinya gerakan [Rivera-Munoz, 2011]. Kerusakan pada tulang mengakibatkan terganggunya fungsi tersebut sehingga tulang perlu diperbaiki. Salah satu alternatif yang telah banyak dikembangkan dalam penggunaan tulang implan adalah *biomaterials* [Park *et al.*, 2000].

Umumnya tulang manusia terdiri dari 2 komponen utama yaitu dua pertiga fasa nonorganik dan sepertiga fasa organik. Sebagian besar fasa organik tersusun dari kolagen berukuran nano meter. Dan penyusun yang lain yaitu protein, lemak dan polisakarida yang memberikan sifat fleksibel, elastis dan kuat. [Follet *et al.*, 2004]. *Hydroxyapatite* [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$] yang biasanya disingkat HAp merupakan komponen mayoritas yang membentuk tulang dan gigi manusia [Dahotre, 2008]. Hidroksiapatit telah secara luas digunakan untuk implant biomedis, operasi jaringan keras, regenerasi tulang, memperbaiki, mengisi, memperluas dan merekonstruksi jaringan tulang rusak [V'azquez, 2005]. Bahan baku yang dapat digunakan untuk membuat hidroksiapatit banyak ditemukan di alam, misalnya batu kapur, cangkang telur, batu karang, dan kulit kerang. Produksi kerang di Indonesia dari

tahun ke tahun terus meningkat. Namun komoditas hasil laut ini, terutama bagian cangkang kerang belum dimanfaatkan secara optimum [Prasustiyane, 2009]. Keunggulan dari pemanfaatan cangkang kerang ini adalah dapat menambah nilai jual kerang, mengurangi limbah padat pada lingkungan, dan pemanfaatan bahan alami sebagai substitusi komponen tulang. Oleh karena itu, gagasan ini merupakan solusi yang potensial untuk dapat dikembangkan. Berbagai teknik telah dikembangkan untuk sintesis hidroksiapatit diantaranya adalah metode hidrotermal [Sopyan, 2009], metode presipitasi [Mobasherpour, 2007], metode sol gel [Bezzi, 2002] dan metode *mechanochemical* [Rhee, 2002]. Perbedaan teknik yang digunakan dalam sintesis hidroksiapatit akan menghasilkan partikel hidroksiapatit dengan karakter yang berbeda pula.

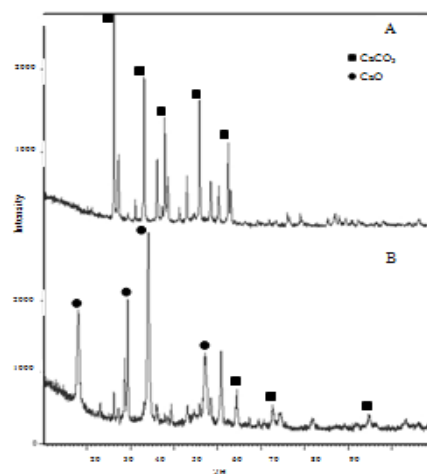
2. Metode penelitian

Persiapan bahan baku diawali dengan pembersihan kulit kerang dari kotoran makro. Kulit kerang selanjutnya ditumbuk menggunakan penumbuk lesung dan diayak. Kerang halus kemudian dikalsinasi di dalam *furnace* dengan suhu 1000°C selama 24 jam. Kulit kerang yang sudah dikalsinasi kemudian diayak dengan ayakan bertingkat yang berukuran 60, 100, dan 200 *mesh*. Hasil ayakan berupa serbuk diuji menggunakan *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS) untuk mengukur kadar kalsium. Sintesis hidroksiapatit yang dilakukan menggunakan metode hidrotermal suhu rendah yang merujuk pada penelitian Alqap dan Sopyan [2009].

Kerang halus hasil kalsinasi sebanyak 45,91 gram dicampur dengan 55,63 gram *ammoniumdihydrogen phosphate* dan 600 mL aquades. Campuran dimasukkan kedalam gelas kimia 1000 mL dan dipanaskan diatas *hot plate* pada suhu 90°C sambil diaduk menggunakan *stirrer* selama 6 jam. Hasil sintesis berupa slurry selanjutnya di keringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 15 jam. Sampel yang sudah kering akan dikalsinasi pada suhu 700, 800, 900 dan 1000°C dengan laju kenaikan suhu 10°C/menit selama 30 menit, 1 jam, 1,5 jam dan 2 jam.

3. Hasil dan pembahasan

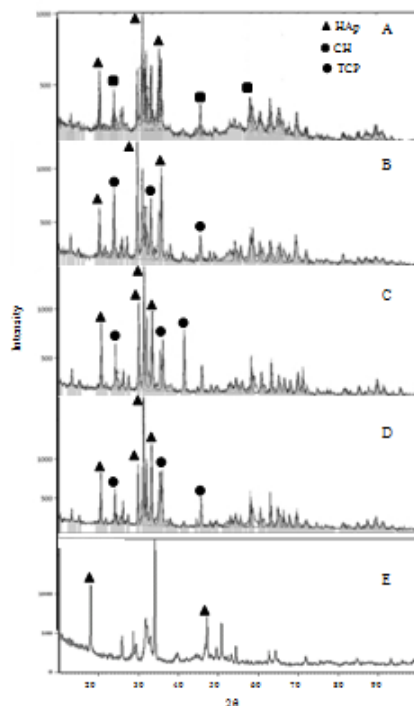
Kalsinasi kulit kerang darah menunjukkan hasil analisa XRD sebelum kalsinasi merupakan fasa CaCO_3 yang memiliki puncak tertinggi pada sudut 2θ 27° dan kulit kerang yang telah dikalsinasi berubah menjadi fasa menjadi kalsium oksida (CaO) yang merupakan puncak tertinggi pada sudut 2θ 35°. Analisa XRD dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Kulit kerang darah sebelum dan sesudah kalsinasi

Dari grafik hasil analisa XRD untuk sampel hasil setelah kalsinasi menunjukkan puncak – puncak kristal atau terbentuk puncak – puncak tinggi seperti kalsium oksida yang terlihat pada gambar 1. Menurut Suryadi [2011] hal ini disebabkan oleh ukuran kristalin yang masih kecil dan tampak seperti amorf sehingga terjadi pelebaran puncak. Pemanasan menyebabkan kulit kerang (CaO) akan terdispersi didalam air dan membentuk *slurry*.

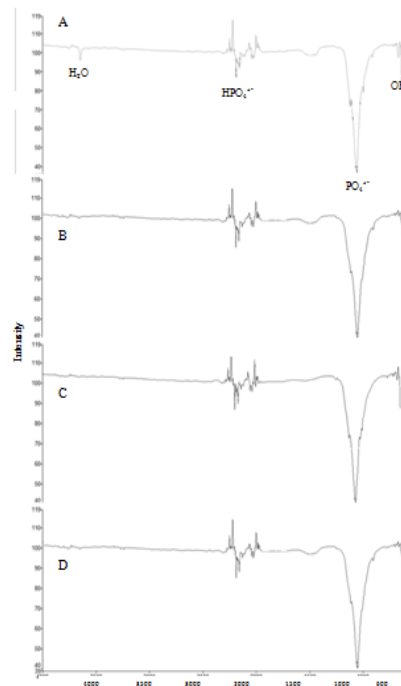
Hasil analisa XRD menunjukkan adanya perubahan intensitas dari puncak-puncak pada difraktogram. Grafik hasil analisa XRD seperti yang diperlihatkan pada gambar 2 dimana masing-masing sampel memperlihatkan mayoritas puncak hidroksiapatit Dan mengandung fasa lain seperti kalsium hidroksida $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan trikalsium fosfat (TCP).



Gambar 2. Grafik analisa XRD pada suhu 700, 800, 900, 1000°C.

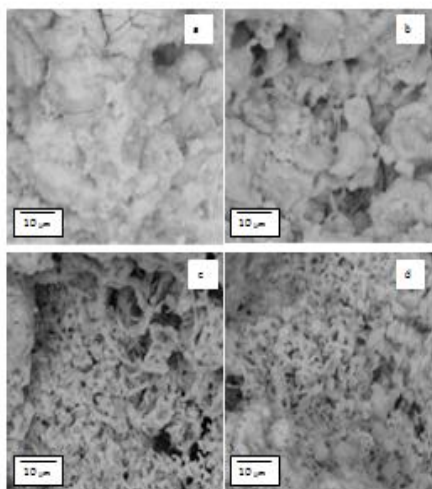
Puncak-puncak hidroksiapatit untuk sampel A yaitu pada sudut 2θ 28,905°, 31,740° dan 32,873°. Pada sampel B yaitu pada sudut 2θ 25,853°, 31,740°, dan 34,031°. Sedangkan untuk sampel C yaitu pada sudut 2θ 25,860°, 31,760°, dan 32,895°. Dan sampel D yaitu pada sudut 2θ 25,879°, 31,739°, dan 32,865°. Dimana pada puncak tersebut memiliki nilai hkl yang mirip dengan pola karakterisasi hasil analisa XRD hidroksiapatit komersil dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dengan Card No. 09-432.

Analisa spektroskopi FTIR juga digunakan pada penelitian ini. FTIR berfungsi mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel. Gugus fungsi yang akan teridentifikasi pada analisa FTIR antara lain PO_4^{3-} , OH^- , HPO_4^{2-} dan H_2O dalam range 4000 hingga 600 cm^{-1} seperti yang ditunjukan pada gambar 3.



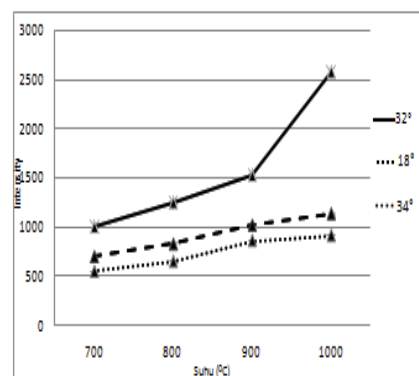
Gambar 3. Grafik analisa FTIR pada suhu 700, 800, 900, 1000°C.

Pada sampel dengan suhu 700°C gugus OH⁻ muncul pada panjang gelombang 625 cm⁻¹. Pada sampel dengan suhu 800°C muncul pada panjang gelombang 725 cm⁻¹, sedangkan pada sampel dengan suhu 900°C dan 1000°C pada panjang gelombang 630 dan 627 cm⁻¹. Kehadiran PO₄³⁻ dan OH⁻ yang merupakan gugus fungsional dari hidroksiapatit mengindikasikan adanya kandungan hidroksiapatit pada sampel. Pada panjang gelombang 2212 dan 1958 cm⁻¹ memperlihatkan gugus fungsi HPO₄²⁻ yang terkandung dalam kristal hidroksiapatit pada sampel dengan suhu 700°C. Selain identifikasi fasa kristal dengan analisis XRD dan analisa gugus fungsi dengan FTIR, sampel juga dikarakterisasi dengan SEM yang digunakan untuk mengetahui morfologi sampel. Hasil foto SEM untuk masing – masing sampel dengan perbesar 7500 kali ditunjukkan pada gambar 4. Dari hasil foto SEM tampak morfologi kristal yang berbeda untuk tiap – tiap sampel.



Gambar 4. Hasil analisa SEM pada suhu 700, 800, 900, 1000°C.

Sampel a memiliki ukuran morfologi yang cukup besar, menggumpal dan tidak memiliki pori pada permukaannya. Hal ini disebabkan karena adanya senyawa kalsium hidroksida pada sampel. Sampel b untuk sampel pada suhu 800°C hasil foto SEM menunjukkan gumpalan yang masih besar tetapi mulai memiliki pori pada permukaan morfologi sampel. Hal ini terjadi karena adanya senyawa posfat lain berupa trikalsium posfat. Sampel c untuk sampel pada suhu 900°C hasil foto SEM menunjukkan butiran yang halus dan lebih seragam dibandingkan sampel sebelumnya, tidak terjadi lagi gumpalan pada morfologi dan hampir berbentuk pori yang sama. Sedangkan untuk hasil foto SEM sampel d pada suhu 1000°C menunjukkan morfologi yang sangat seragam dari sebelumnya dan butiran yang lebih halus. Pada gambar terlihat juga bentuk pori yang lebih kecil dan teratur. Terkait pada pola XRD sebelumnya bahwa suhu kalsinasi meningkatkan hasil puncak-puncak hidroksiapatit yang seragam, butiran yang halus dan bentuk pori yang semakin kecil.



Gambar 5 Nilai *intensity* hidroksiapatit pada 2θ 32°, 18° dan 34° pada suhu 700-1000°C

Dari gambar 4.3 terlihat nilai *intensity* yang semakin meningkat dengan bertambahnya nilai suhu kalsinasi pada suhu 700°C dengan nilai 1000, suhu 800°C dengan nilai 1250, suhu 900°C dengan nilai 1525 dan suhu 1000°C dengan nilai 2580.

4. Kesimpulan

Hidroksiapatit dapat disintesis dari kulit kerang darah dengan metode hidrotermal suhu rendah. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka puncak-puncak tertinggi hidroksiapatit akan terbentuk berserta senyawa fosfat lain dan ukuran kristal akan semakin besar berturut-turut dari suhu 700, 800, 900 dan 1000°C adalah 52.87, 52.17, 51.32 dan 50.09 nm. Waktu tinggal kalsinasi yaitu dari 0,5, 1, 1,5 dan 2 jam pada suhu 1000°C menunjukkan fasa hidroksiapatit dan senyawa fosfat yaitu trikalsium fosfat dengan ukuran kristal akan semakin meningkat pada 62.67, 62.17, 61.23 dan 53.08 nm. Semakin tinggi suhu kalsinasi dan waktu tinggal kalsinasi maka kristal hidroksiapatit yang dihasilkan semakin baik dan ukuran partikel yang seragam.

5. Daftar pustaka

- Alqap SF., Sopyan I., (2009). *Low Temperature Hydrothermal Synthesis of Calcium Phosphate Ceramics: Effect of Excess Ca Precursor on Phase Behaviour*. Indian Journal of Chemistry 48: 1492-1500.
- Bezzi G., Celotti G., Landi E., La Torretta TMG. (2002). *A Novel Sol-gel Technique for Hydroxyapatite Preparation*. Materials Chemistry and Physics 78: 816-824.
- Lane NE. (2001). *Osteoporosis, Rapuh Tulang : Petunjuk untuk Penderita dan Langkah-langkah Pengamanan untuk Keluarga*. Raja grafindo Persada, Jakarta.
- Mobasherpur, I., Heshajin, M. S., Kazemzadeh, A., Zakeri, M. (2007). *Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite by using Precipitation Method*. Journal of Alloys and Compounds 430(1-2): 330-333.
- Park JB. (1984). *Biomaterials Science and Engineering*. USA: Plenum Press.
- Prasustiyane, A. (2009). *Karakteristik Asam Lemak dan Kolesterol Kijing Lokal (Pilsbryconcha exillis) dari Situ Gede Bogor akibat proses pengukusan*. Skripsi Sarjana. Institut Pertanian Bogor: Bogor.
- Rivera-Munoz, EM. (2011). *Hydroxyapatite-based Materials: Synthesis and Characterization, Biomedical Engineering-frontiers and Challenges*,. Springer. ISBN: 978-953-307-309-5.
- Rhee, S.-H. (2002). *Synthesis of hydroxyapatite via mechanochemical treatment*. Biomaterials 23(4): 1147-1152.
- V'azquez, Guzm'an C, Barba C, Pi'na, Mungu'ia N. (2005). *Stoichiometric hydroxyapatite obtained by precipitation and sol gel processes*. Revista Mexiana De F'isica 51(3): 284-239.