

# Sintesis Hidroksiapatit melalui *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari Cangkang Kerang Darah dengan Metode Hidrotermal pada Variasi pH dan Suhu Operasi

Wahyu Syafrima<sup>1)</sup>, Zuchra Helwani<sup>2)</sup>, Zultiniar<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, <sup>2)</sup>Dosen Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknik Universitas Riau

Kampus Binawidya Jl. HR. Soebrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

wahyusyafrima@yahoo.com

## ABSTRACT

*Hydroxyapatite  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  is a calcium phosphate compound which is a bioactive ceramic material with high bioafinitas. Hydroxyapatite (HAp) materials used as bone implants, adsorbents and catalysts. Synthesis of hydroxyapatite can be made by using material which is rich of  $CaCO_3$  like PCC blood calm shell with a composition of 95.5%  $CaCO_3$ . In this research, PCC blood calm shell which has calcium source was synthesized to HAp by hydrothermal process. pH of the reaction (10, 11, 12) and reaction temperature ( $140^\circ C$ ,  $160^\circ C$ ,  $180^\circ C$ ) was be varied. The outcome of synthesis was characterized by using FTIR, XRD, SEM. The results of FTIR analysis, synthesis of HAp with hydrothermal method showed the formation of hydroxyapatite in the presence of peaks  $PO_4^{3-}$  dan  $OH$ . The highest peak is obtained at pH 10 at reaction temperature of  $140^\circ C$ ,  $160^\circ C$  and  $180^\circ C$ . XRD diffraction results in hydroxyapatite get the highest crystallinity obtained at pH 10 at temperature of  $180^\circ C$  with a hexagonal crystal structure and produce a more pure hydroxyapatite. SEM results showed morphology with clots and irregular round shape.*

**Keywords :** PCC blood calm shell, pH, temperature, hydroxyapatite, hydrothermal method.

## I. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara maritim, mempunyai jumlah pulau sekitar 17.508 buah, dan 931 buah pulau diantaranya sudah berpenduduk (ditempati). Sampai saat ini produksi perikanan laut di Indonesia masih didominasi oleh hasil tangkapan alam [Dwi, 2007].

Sementara untuk limbah yang dihasilkan masih belum termanfaatkan secara optimal. Salah satunya adalah limbah cangkang kerang. Produksi kerang-kerangan di Indonesia cukup besar salah satunya Propinsi Riau. Berdasarkan data Statistik Perikanan Tangkap Indonesia, produksi kerang-kerangan di Propinsi Riau pada tahun 2010 mencapai 11.325 ton dimana jenis kerang darah merupakan komoditas utama dengan jumlah produksi 11.014 ton [DJPT, 2011]. Produksi kerang darah di Propinsi Riau mulai dari tahun 2010 hingga 2012 yaitu tahun 2010 sebesar 11.014 ton, tahun 2011 sebesar

11.130,5 ton dan tahun 2012 sebesar 11.342,3 ton.

Data tersebut memperlihatkan bahwa produksi kerang darah di Propinsi Riau semakin meningkat setiap tahunnya. Melihat hal tersebut maka perlu dilakukan upaya pemanfaatan limbah cangkang kerang darah yang sangat melimpah jumlahnya agar limbah tersebut dapat bernilai ekonomis. Pemanfaatan limbah cangkang kerang sampai saat ini hanya sebatas sebagai bahan kerajinan tangan, padahal limbah cangkang kerang memiliki komposisi kalsium karbonat tinggi yaitu sekitar 98% yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium pada sintesis senyawa yang mengandung logam kalsium seperti hidroksiapatit [Muntamah, 2011].

Selama ini hidroksiapatit sintetis diimpor dengan harga yang mahal, yaitu sebesar 6,6 juta rupiah per 5 gramnya dengan merek Sigma Alderich, padahal senyawa ini dapat disintesis dari bahan

alam yang mudah didapat dan belum dimanfaatkan secara maksimal seperti cangkang kerang sehingga harganya relatif murah.

Senyawa Hidroksiapatit (HAp)  $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$  adalah senyawa kalsium pospat yang merupakan material keramik bioaktif dengan bioafinitas tinggi.

Senyawa hidroksiapatit memiliki beberapa sifat mekanis seperti kekuatan tekan, kekuatan bengkok dan modulus elastisitas [Grenoble dkk, 1972]. Umumnya faktor yang mempengaruhi sifat mekanis HAp adalah bentuk serbuk, pori-pori dan besar butir. Serbuk HAp yang memiliki stoikiometri yang tepat yaitu rasio molar Ca/P sebanyak 1,67 dapat menghasilkan sifat mekanis HAp yang unggul [Muntamah, 2011]. Senyawa hidroksiapatit juga memiliki struktur pori dengan luas permukaan yang besar, stabilitas termal yang baik, dan tidak beracun [Hui dkk, 2010].

PCC adalah produk pengolahan batu kapur melalui serangkaian reaksi kimia. Secara teknis PCC memiliki keistimewaan seperti ukuran partikel yang kecil (skala mikro) dan homogen.

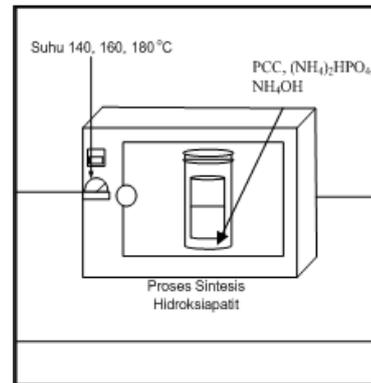
Proses pembuatan PCC dilakukan menggunakan sumber kalsium kulit kerang darah, dengan mengikuti gabungan prosedur yang dilakukan oleh [Jamarun dkk, 2005 dan Jamarun dkk, 2007] dimana pembuatan PCC dilakukan dengan metode karbonasi dan modifikasi proses dengan penambahan larutan asam nitrat pada sumber kalsium yang sudah dikalsinasi. Menurut Ahn dkk [2005] larutan asam nitrat dapat meningkatkan kelarutan ion kalsium dalam susu  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dan asam nitrat merupakan asam kuat yang dapat bereaksi keras dengan oksida logam seperti kalsium oksida membentuk garam yang mudah larut [Thieman, 1991].

## II. Metode Penelitian

### 2.1 Alat dan bahan yang Digunakan

Alat - alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer 2 liter, corong, kertas saring, gelas piala, cawan

penguap, *vessel* hidrotermal volume 230 ml, *furnace*, oven, *stirrer*, ayakan 100-120 mesh, lumpang, timbangan analitik, *hot plate*, pipet tetes, labu ukur, gelas ukur, pipet volum, pH meter. Rangkaian alat sintesis hidroksiapatit dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rangkaian Alat Sintesis Hidroksiapatit

Bahan-bahan yang digunakan adalah cangkang kerang darah yang diperoleh dari rumah makan *seafood* (Pekanbaru, Riau),  $\text{HNO}_3$  2M,  $\text{NH}_4\text{OH}$  33% merek J.T.Baker, gas  $\text{CO}_2$ , aquades dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  merek Darmstadt.

### 2.2 Variabel Penelitian

Variabel tetap pada penelitian ini adalah ukuran cangkang kerang yang telah dihaluskan 100-120 *mesh*, rasio Ca/P 1,67 dan waktu reaksi 16 jam. Variabel berubah pada penelitian ini adalah pH pencampuran reaktan 10, 11, 12 dan suhu reaksi 140, 160, 180°C.

### 2.3 Prosedur Penelitian

Cangkang kerang darah dibersihkan terlebih dahulu dan dijemur satu hari untuk menghilangkan kadar air pada proses pembersihan. Cangkang kerang darah yang telah kering selanjutnya dihaluskan menggunakan lumpang dan diayak menggunakan ayakan 100-120 *mesh*.

Sampel ditimbang 0,1025 gram, lalu ditambah 10 ml asam nitrat pekat. Sampel didestruksi pada suhu 100°C selama 1 jam, diangkat dan didinginkan. Larutan

dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan dibilas dengan air suling, kemudian dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer AAS dan XRD.

Cangkang kerang yang sudah dihaluskan hingga berukuran 100 *mesh* selanjutnya dikalsinasi didalam *furnace* dengan suhu 900°C selama 3 jam untuk mendapatkan CaO. CaO yang didapatkan kemudian dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> 2M dengan rasio 17 gram CaO/ 300 ml HNO<sub>3</sub> 2M dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit setelah itu disaring. Filtrat yang didapat pada proses penyaringan dipanaskan pada suhu 60°C dan diatur sampai pH 12 dengan penambahan NH<sub>4</sub>OH pekat lalu disaring kembali. Filtrat yang didapatkan diendapkan dengan menambahkan gas CO<sub>2</sub> secara perlahan hingga pH filtrat menjadi 8 dan terlihat endapan berwarna putih susu yang selanjutnya disebut *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Endapan yang didapat kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH 7 lalu dikeringkan dalam *oven* pada suhu 105°C sampai berat hasil timbangan yang didapat konstan untuk menghilangkan sisa air dari proses pengendapan.

Tahap sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan PCC dan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> pada rasio mol Ca/P 1,67 dengan variasi pengaturan pH campuran sebesar 10, 11, 12 menggunakan NH<sub>4</sub>OH 33%. Proses pencampuran ini dilakukan didalam *vessel* hidrotermal dengan waktu reaksi selama 16 jam dan pada variasi suhu operasi 140, 160 dan 180°C pada oven dan tekanan operasi pada suhu 140°C yaitu 3,57 atm, suhu 160°C yaitu 6,1 atm dan suhu 180°C yaitu 9,9 atm.

Tahap pemurnian dilakukan untuk memisahkan hidroksiapatit dari sisa reaktan dan air sehingga hasil yang didapat lebih murni dan dapat dikarakterisasi lebih lanjut. Proses pemurnian ini dilakukan dengan menyaring campuran

hidroksiapatit dari sisa reaktan menggunakan kertas saring. Endapan yang didapat dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C dan ditimbang hingga beratnya konstan.

## 2.4 Penafsiran Data

Data yang diperoleh pada analisa sampel baik menggunakan FTIR, SEM dan XRD akan dibandingkan dengan karakteristik hidroksiapatit yang telah dikomersialkan. Penentuan kondisi terbaik sintesis hidroksiapatit akan dilihat berdasarkan karakteristik hasil yang sesuai dengan karakteristik hidroksiapatit komersial melalui karakterisasi FTIR, XRD, dan SEM.

## III. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Karakterisasi PCC Cangkang Kerang Darah

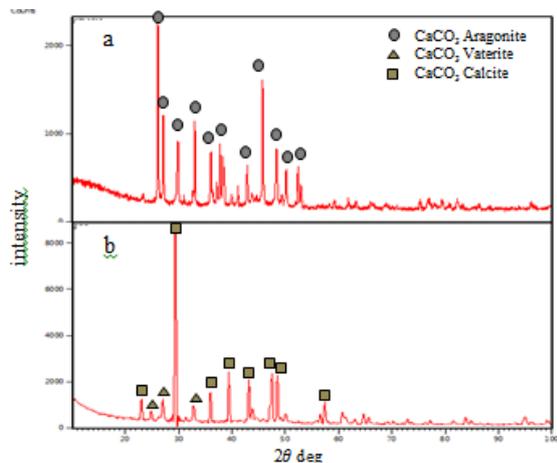
Pada penelitian ini hidroksiapatit dibuat dari bahan baku PCC cangkang kerang darah, dimana PCC cangkang kerang darah ini dimanfaatkan sebagai sumber kalsium dalam pembuatan hidroksiapatit. Tabel 3.1 menunjukkan karakteristik menggunakan AAS pada cangkang kerang darah dan PCC.

**Tabel 3.1** Karakteristik menggunakan AAS pada cangkang kerang darah dan PCC

Jenis Sampel	Parameter Uji	Nilai (%)
Cangkang Kerang	Total Ca	30,6
	Total CaO	42,9
	Tara CaCO <sub>3</sub>	76,6
PCC	Total CaO	53,5
	Tara CaCO <sub>3</sub>	95,5

Hasil karakterisasi menggunakan AAS, total CaO yang diperoleh pada cangkang kerang 42,9% dan total CaO pada PCC 53,5%. Hal ini membuktikan bahwa bahan PCC memiliki kadar CaO yang lebih tinggi dibandingkan cangkang kerang darah. Untuk melihat lebih detail kemurnian PCC dilakukan karakteristik terhadap cangkang kerang darah dan PCC dengan menggunakan analisa XRD. Gambar 3.1 menunjukkan difraktogram

cangkang kerang darah yang sudah dihaluskan dan PCC cangkang kerang darah.



**Gambar 3.1** Difraktogram Cangkang Kerang Darah yang Dihaluskan(a) dan PCC(b)

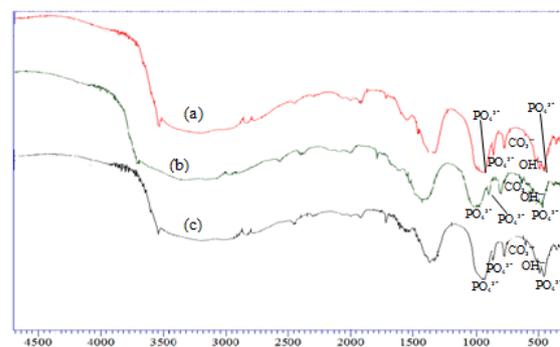
Karakteristik AAS menunjukkan bahan PCC lebih murni dibandingkan pada cangkang kerang. Untuk mengetahui derajat kristalisasi  $\text{CaCO}_3$  dapat dilihat melalui puncak-puncak intensitas yang muncul dari karakterisasi XRD. Cangkang kerang darah yang sudah dihaluskan pada Gambar 3.1(a) memperlihatkan puncak  $\text{CaCO}_3$  dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta$  :  $26,1^\circ$ ,  $27,18^\circ$ ,  $45,8^\circ$ ,  $33,08^\circ$ ,  $37,83^\circ$ .  $\text{CaCO}_3$  yang dihasilkan dengan kristalinitas sebesar 74%. Pengukuran derajat kristalinitas diperoleh langsung dari program karakterisasi XRD. Fasa tertinggi yang muncul pada  $2\theta$  sebesar  $26,1^\circ$  merupakan kalsium karbonat dengan bentuk kristal *aragonite* dan struktur kristal *orthorhombic*. Sementara itu PCC cangkang kerang darah pada Gambar 3.1(b) memperlihatkan puncak  $\text{CaCO}_3$  dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta$  :  $29,37^\circ$ ,  $39,42^\circ$ ,  $48,49^\circ$ ,  $47,54^\circ$ ,  $43,11^\circ$ .  $\text{CaCO}_3$  yang dihasilkan dengan kristalinitas yang meningkat sebesar 93%. Fasa tertinggi yang muncul merupakan kalsium karbonat dengan bentuk kristal *calcite* dan struktur kristal *rhombohedral*. PCC cangkang kerang darah akan menjadi bahan dasar sintesis hidroksiapatit.

Tujuan membuat PCC cangkang kerang darah sebagai bahan baku adalah untuk menghilangkan senyawa organik lainnya dan mendapatkan kalsium karbonat dengan bentuk kristal *calcite* yang lebih stabil terhadap suhu dibandingkan bentuk kristal *vaterite* dan *aragonite*. [Rhome, 2012]

### 3.2 Karakteristik HAP menggunakan FTIR

Pada analisa FTIR yang berfungsi mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel memperlihatkan gugus fungsi antara lain  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{OH}^-$ , dan  $\text{CO}_3^{2-}$  dalam range 4000 hingga  $600\text{ cm}^{-1}$ . Gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  muncul pada panjang gelombang 1100 – 1019, 958, dan  $605\text{ cm}^{-1}$  [Alqap dan Sopyan, 2009]. Selain itu, gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  akan muncul pada  $962\text{ cm}^{-1}$  [Suryadi, 2011].

Pada sampel dengan pH reaksi 10 suhu  $140^\circ\text{C}$  yang diperlihatkan pada Gambar 3.2(a) gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  muncul pada panjang gelombang 568, 602, 961, 1030, dan  $1045\text{ cm}^{-1}$ . Pada sampel dengan pH reaksi 11 suhu  $140^\circ\text{C}$ , gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  muncul pada panjang gelombang 563, 603, 960, 1024,  $1037\text{ cm}^{-1}$  seperti yang terlihat pada Gambar 3.2(b), sedangkan pada sampel dengan pH reaksi 12 suhu  $140^\circ\text{C}$   $\text{PO}_4^{3-}$  ada pada panjang gelombang 567, 603, 961, 1038, dan  $1044\text{ cm}^{-1}$  seperti yang terlihat pada Gambar 3.2(c).



**Gambar 3.2** Karakteristik HAP menggunakan FTIR pada temperatur  $140^\circ\text{C}$  (a) pH 10 (b) pH 11 (c) pH 12

Pada sampel dengan pH reaksi 10 suhu  $140^\circ\text{C}$  gugus  $\text{OH}^-$  muncul pada

panjang gelombang 630 dan 3571  $\text{cm}^{-1}$  (Gambar 3.2a). Pada sampel dengan pH reaksi 11 suhu 140°C muncul pada panjang gelombang 3568 dan 712  $\text{cm}^{-1}$  (Gambar 3.2b), sementara pada sampel dengan pH reaksi 12 suhu 140°C gugus  $\text{OH}^-$  muncul pada panjang gelombang 3571 dan 630  $\text{cm}^{-1}$  (Gambar 3.2c). Kehadiran  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang merupakan gugus fungsional dari hidroksiapatit mengindikasikan adanya kandungan hidroksiapatit pada sampel [Sadat-shojai, 2009]. Gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang muncul dengan puncak yang lebih tajam menandakan intensitas absorpsi yang lebih tinggi. Semakin tinggi intensitas absorpsi, semakin banyak kandungan  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  [Walendra, 2012].

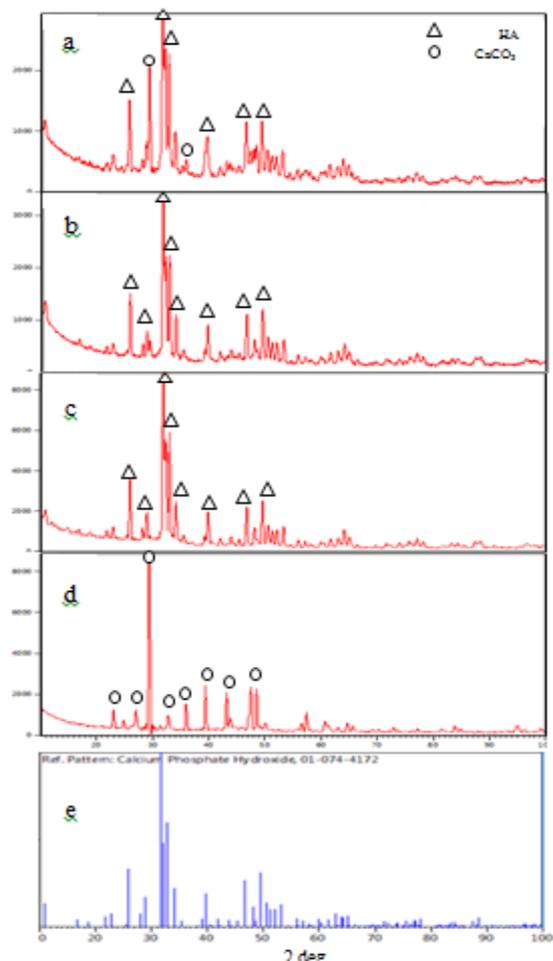
Gugus  $\text{CO}_3^{2-}$  terdapat pada panjang gelombang 873 dan 1446  $\text{cm}^{-1}$  pada sampel dengan pH reaksi 10 suhu 140°C (Gambar 3.2a), 1448 dan 873  $\text{cm}^{-1}$  pada sampel dengan pH reaksi 11 suhu 140°C (Gambar 3.2b) dan 1452 dan 873  $\text{cm}^{-1}$  pada sampel dengan pH reaksi 12 suhu 140°C (Gambar 3.2c). Gugus  $\text{CO}_3^{2-}$  dengan puncak yang lebih tumpul menandakan intensitas absorpsi yang lebih rendah. Semakin rendah intensitas absorpsi, semakin sedikit kandungan  $\text{CO}_3^{2-}$  [Walendra, 2012].

Hasil analisa FTIR menunjukkan bahwa semakin meningkatnya pH reaksi, puncak  $\text{PO}_4$  yang diperoleh semakin tumpul dan puncak  $\text{CO}_3$  semakin tajam. Sadat-shojai dkk [2012] menyatakan suhu berbanding terbalik terhadap pH. Apabila digunakan kondisi operasi suhu tinggi maka pH yang digunakan harus rendah.

Pada suhu 160°C dan 180°C juga terlihat gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  pada pH 10 dengan puncak lebih tajam yang menandakan semakin banyak kandungan  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  dan terlihat juga gugus  $\text{CO}_3^{2-}$  pada pH 10 dengan puncak lebih tumpul yang menandakan semakin sedikit kandungan  $\text{CO}_3^{2-}$ .

### 3.3 Karakteristik HAP menggunakan XRD

Karakteristik FTIR menunjukkan adanya gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang menyatakan adanya HAP dan kondisi terbaik pada suhu reaksi 140°C, 160°C dan 180°C yang diperoleh pada pH 10 dengan puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang dihasilkan lebih tajam dan puncak gugus  $\text{CO}_3^{2-}$  lebih tumpul dibandingkan dengan pH 11 dan pH 12. Untuk mengetahui derajat kristanilitas HAP dari setiap kondisi terbaik pada suhu reaksi 140°C, 160°C dan 180°C dapat dilihat melalui puncak-puncak intensitas yang muncul dari karakterisasi XRD. Gambar 3.3 menunjukkan difraktogram hasil hidroksiapatit dengan variasi suhu reaksi 140°C, 160°C dan 180°C pada pH 10.



**Gambar 3.3** Karakteristik menggunakan XRD dari pada variasi suhu (a) 140°C, (b) 160°C, (c) 180°C pada pH 10, (d) PCC dan (e) XRD hidroksiapatit JCPDS

Difraktogram hidroksiapatit pada suhu 140°C dan pH 10 (Gambar 3.3a), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta$  : 31,72°, 32,13°, 32,86°, 29,39°, 25,8°, 46,62° dan kristalinitas sebesar 66%. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki berupa kalsium karbonat. Difraktogram hidroksiapatit pada suhu 160°C dan pH 10 (Gambar 3.3b), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta$  : 31,73°, 32,22°, 32,85°, 25,84°, 46,62°, dimana kristalinitas meningkat menjadi 77%. Sementara itu, difraktogram hidroksiapatit pada suhu 180°C dan pH 10 (Gambar 3.3c), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta$  : 31,78°, 32,96°, 32,35°, 25,99°, 34,17°, dan kristalinitas yang semakin meningkat menjadi 81%. Pengukuran derajat kristalinitas diperoleh langsung dari program karakterisasi XRD. Jika dibandingkan dengan Difraktogram PCC (Gambar 3.3d), yang menghasilkan puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut  $2\theta$ : 29,37°, 39,43°, 48,47°, 47,54°, dan 43,12°. Fasa tertinggi yang muncul yaitu kalsium karbonat. Berdasarkan puncak-puncak yang muncul dari XRD tersebut dapat disimpulkan bahwa kondisi terbaik pada suhu reaksi 180°C dan pH 10 dengan hidroksiapatit yang dihasilkan lebih murni dibandingkan dengan suhu 140°C, serta kristalinitas tertinggi dibandingkan dengan suhu 140°C dan 160°C. Hasil perhitungan ukuran diameter kristal dengan persamaan *Scherer* dapat dilihat pada Tabel 3.2.

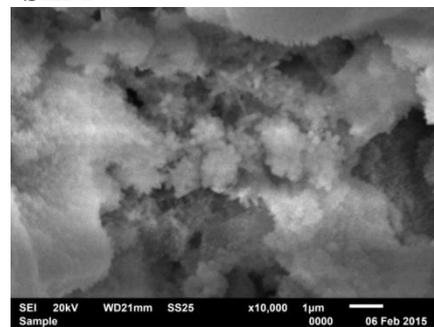
**Tabel 3.2** Ukuran Diameter Kristal pada Sampel Dihitung dengan Persamaan *Scherer*

No	Variabel		Ukuran diameter kristal (nm)
	Suhu (°C)	pH	
1	140		29,01
2	160	10	27,16
3	180		25,87

Hasil analisa pada Tabel 3.2 dapat dilihat bahwa semakin meningkatnya suhu reaksi, ukuran diameter kristal yang diperoleh semakin kecil. Maka, pada sampel dengan suhu operasi 180°C dan pH reaksi 10

memiliki ukuran diameter kristal terkecil yaitu 25,87 nm. Semakin tinggi suhu reaksi akan menyebabkan susunan atom dalam sampel semakin teratur sehingga semakin banyak kristal yang terbentuk seperti yang terlihat pada Gambar 3.3. Derajat kristalinitas merupakan besaran yang menyatakan banyaknya kandungan kristal dalam suatu material dengan membandingkan luasan kurva kristal dengan luas kurva amorf dan kristal [Purnama dkk, 2006].

### 3.4 Karakteristik HAp menggunakan SEM



**Gambar 3.4** Hasil analisis SEM sampel hidroksiapatit dengan pembesaran 10000 X.

Berdasarkan hasil karakteristik XRD menunjukkan kondisi terbaik pada pH 10 dan suhu 180°C. Untuk mengetahui morfologi dari sampel hidroksiapatit pada pH 10 dan suhu 180°C dilakukan analisa menggunakan SEM yang ditampilkan pada Gambar 3.4. Hasil karakteristik menunjukkan bahwa morfologi berupa aglomerat atau penggumpalan. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Hui dkk, (2010), dimana partikel yang diamati mengalami aglomerat. Juga dipertegas oleh Suryadi (2011), bahwa kristalit dari HAp cenderung membentuk aglomerat dengan rata-rata ukuran kristalnya berada pada rentang 15-50 nm.

### 3.5 Yield Hidroksiapatit

**Tabel 3.3** Yield Hidroksiapatit pada variasi suhu dan pH reaksi

No	Variabel		Berat PCC (gr)	Berat hidroksiapatit (gr)	Yield (%)
	Suhu (°C)	pH			
1	140			2,81	93,67
2	160	10		2,95	98,33
3	180			2,98	99,33
4	140			2,76	92
5	160	11	3	2,88	96
6	180			2,92	97,33
7	140			2,67	89
8	160	12		2,82	94
9	180			2,85	95

Hasil analisa pada Tabel 3.3 dapat dilihat semakin tinggi suhu reaksi dan semakin kecil pH maka yield yang dihasilkan semakin banyak. Ini sesuai dengan data hasil FTIR dan data hasil XRD, semakin tinggi suhu reaksi dan semakin kecil pH maka puncak gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang dihasilkan semakin tajam dan derajat kristalinitas yang semakin meningkat. Semakin meningkatnya suhu menyebabkan semakin banyak hidroksiapatit yang terbentuk karena semakin tinggi suhu akan menyebabkan susunan atom dalam sampel semakin teratur sehingga semakin banyak kristal hidroksiapatit yang terbentuk [Purnama dkk, 2006] dan semakin meningkatnya pH menyebabkan semakin sedikit hidroksiapatit yang terbentuk karena semakin tinggi pH akan menyebabkan kelarutan  $\text{CaCO}_3$  semakin kecil sehingga semakin sedikit  $\text{CaCO}_3$  yang bereaksi dengan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  [Maryam, 2012].

## IV. KESIMPULAN DAN SARAN

### 4.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari hasil penelitian ini adalah :

1. Hidroksiapatit dapat dihasilkan dari PCC cangkang kerang darah sebagai bahan baku dengan menggunakan metode hidrotermal.
2. Dari analisa FTIR, pada tiap sampel terdapat gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  yang

mengindikasikan adanya kandungan hidroksiapatit pada sampel.

3. Semakin tinggi suhu reaksi (140-180°C) dan semakin kecil pH (10-12) maka semakin besar yield yang dihasilkan, yakni pada suhu 180°C dan pH 10 diperoleh yield sebesar 99,33%.
4. Semakin tinggi suhu reaksi (140-180°C) maka semakin besar derajat kristalinitas yang dihasilkan, yakni pada suhu 180°C diperoleh derajat kristalinitas sebesar 81%.
5. Kondisi terbaik pada penelitian ini didapat pada sintesis dengan pH 10 dan suhu reaksi 180°C.

### 4.2 Saran

Berdasarkan pengalaman peneliti dalam sintesis HAp dari PCC cangkang kerang darah (*anadara granosa*) dengan proses hidrotermal, bagi yang akan melakukan penelitian ini disarankan untuk melakukan sintesis PCC yang lebih murni.

## 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.
- Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. 2011. *Statistika Perikanan Tangkap Indonesia 2010*. Kementrian Perikanan dan Kelautan Indonesia. Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. Jakarta.
- Dwi, E. D. S. 2007. *Prospek Usaha Budidaya Keperangan di Indonesia*. Oseana, 32(1): 33-38.
- Grenoble, D. E. J. L., K. L. Kaltz, R. S. Dunn, K. L. Gilmore dan Murty. 1972. *The Elastic Properties of*

- Hard Tissues and Apatites*. Journal of Biomedical Material, 6: 221-223.
- 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.
- Jamarun, N., Rahmadanis, dan S. Arief. 2005. *Pengaruh Temperatur Karbonasi Pada Pembentukan PCC*. Jurnal Kimia Andalas. 11: 1.
- Jamarun, N., Yulfitrin, dan S. Arief. 2007. *Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batu Kapur dengan Metoda Kaustik Soda*. Jurnal Riset Kimia, 1(1): 20-24.
- Muntamah. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (anadara granosa,sp)*. Tesis. IPB. Bogor.
- Purnama, E. F., S. Nikmatin, dan R. Langenati. 2006. *Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Derajat Kristanilitas dan Komposisi Hidroksiapatit Dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (Synthetic Body Fluid)*. Tesis. IPB. Bogor.
- Rhome, T. 2012. *Keramik*. [www.scribd.com](http://www.scribd.com). Diakses tanggal 18 Februari 2015.
- Sadat-Shojai, M., Khorasani, M. T., dan Jamshidi, A. 2012. *Hydrothermal Processing of Hydroxyapatite Nanoparticles A Taguchi Experimental Design Approach*. Journal of Crystal Growth, 361: 73-84.
- Thieman, M. 1991. *Nitric Acid*. Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry (ed. Barbara Elvers, et. al). Vol. A. 17. Germany.
- Suryadi, 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*. Tesis Magister. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.
- Walendra, Y. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Berpori dari Cangkang Kerang Darah dengan Porogen Lilin Lebah*. Skripsi. Institut Pertanian Bogor. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Bogor.