Sintesis Hidroksiapatit melalui *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari Cangkang Kerang Darah dengan Metode Hidrotermal pada Variasi Waktu Reaksi dan Rasio Ca/P

Raja Heru Nur Alam Ichsan[1)], Zuchra Helwani[2)], Zultiniar[2)]
[1)]Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, [2)]Dosen Jurusan Teknik Kimia
Fakultas Teknik Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR. Soebrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
Heruraja133@ymail.com

ABSTRACT

Potential of waste blood cockle shell in Indonesia is quite large. Waste of blood cockle shell contains calcium carbonate compounds that can be used as raw material for the synthesis of hydroxyapatite . In this research, the PCC synthesis of blood cockle shell in advance to obtain a pure hydroxyapatite. The aim of this research was to get the hydroxyapatite from PCC blood cockle shell, determine optimum process condition and also to investigate the effect of the Ca/P mole ratio and the reaction time toward Hydroxyapatite synthesis. The powder of sea shell was calcined at 900 ^oC for 2 hours. CaO was converted to PCC which then reacted with diammonium hydrogen phosphate by using water as solvent. The samples then were characterized by using FTIR (Fourier Transform Infrared), XRD (X-Ray Diffraction), and SEM (Scanning Electron Microscopy). The functional groups were observed in the FTIR of the synthesized hydroxyapatite are phosphate (PO_4^{3-}), hydroxyl (OH^-), and carbonate (CO_3^{2-}). These functional groups indicate that hydroxyapatite has been formed. XRD data showed the main peaks for hydroxyapatite that strenghtened the truth of FTIR characterization. SEM was used to observe the morphology of the synthesized hydroxyapatite that consisted of agglomerates. The optimum conditions in this research is the synthesis of HAp with a ratio of Ca / P 1,61 and 20 hours reaction time with a particle size of hydroxyapatite 39,43 nm, conversion 91,99% and yield 96,66 %.

***Keywords** : Blood cockle shell, Hydroxyapatite, Hydrothermal, Precipitated calcium carbonate*

I. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara dengan wilayah kelautan yang cukup luas. Melihat hal tersebut maka dapat dikatakan bahwa negara Indonesia memiliki potensi sumber daya perairan yang sangat melimpah. Pemanfaatan sumber daya perairan Indonesia sampai saat ini hanya sebatas konsumsi daging hewan laut seperti ikan, udang, dan hewan laut lainnya. 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 termanfaatkan secara maksimal seperti cangkang kerang sehingga harganya relatif murah.

Melihat besarnya potensi sumber kalsium berupa kerang-kerangan di provinsi Riau, maka dilakukan penelitian tentang pembuatan hidroksiapatit dari cangkang kerang darah yang berasal dari daerah provinsi Riau. Metode sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dalam beberapa cara diantaranya adalah dengan metode presipitasi, sol gel, mechano chemical, dan hidrotermal. Pembuatan hidroksiapatit pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Sintesis hidrotermal didefinisikan sebagai metode pembentukan material (kristal) didalam air panas pada tekanan tinggi dimana temperatur reaksi dapat dinaikkan diatas titik didih air dan pencapaian tekanan dari saturasi uap air [Manafi, 2009]. Kelebihan dari metode ini adalah prosesnya sederhana, murah, dan memberikan kemurnian yang tinggi [Bingol dkk, 2012; Hui dkk, 2010; Hien dkk, 2010]. Selain itu sintesis senyawa hidroksiapatit dengan metode hidrotermal menghasilkan partikel dengan kemurnian tinggi dan distribusi partikel yang homogen [Agustinus, 2009].

Sintesis Hidroksiapatit telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Hien dkk [2010] melakukan penelitian tentang pembuatan hidroksiapatit dari batu karang menggunakan metode hidrotermal dengan ukuran partikel rata-rata batu karang (5x5x5 mm), suhu reaksi 180-200^{o}C, tekanan 14 atm, pH campuran 9-10, rasio Ca/P 1,67 mol, waktu reaksi 24-128 jam dengan perlakuan awal kalsinasi bahan pada suhu 800 ^{o}C selama 1 jam dan sintering pada suhu 1000 ^{o}C selama 1 jam, diperoleh hidroksiapatit hasil analisa XRD dan FTIR sesuai standar HAp komersial pada suhu reaksi 180 ^{o}C dan waktu reaksi 36 jam. Azis dkk [2014] melakukan sintesis hidroksiapatit dari PCC terumbu karang menggunakan metode hidrotermal pada pH reaksi 11, rasio Ca/P 1,67 dengan variasi suhu reaksi 120-180 ^{o}C dan variasi waktu reaksi 12-36 jam diperoleh hidroksiapatit yang spesifik dengan morfologi kristal hidroksiapatit yang seragam pada suhu 140^{o}C dan waktu reaksi 16 jam.

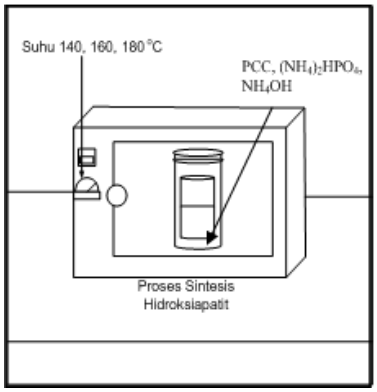
Pada penelitian ini proses hidrotermal sintesis HAp akan dilakukan melalui pembentukan *precipitated calcium carbonate* (PCC). Keistimewaan PCC adalah tingkat kemurniannya yang sangat tinggi. Diharapkan metode sintesis melalui pembentukan PCC memberikan hasil yang lebih murni, karena dalam pembentukan HAp hampir selalu ditemukan senyawa apatit lain seperti *dicalcium phosphate, dibasic phosphate, tricalcium phosphate* dan beberapa fase amorph dari *calcium phosphate* [Bingol dkk, 2012; Hien dkk, 2010; Hui dkk, 2010]. Pada penelitian ini akan divariasikan waktu reaksi hidrotermal pembentukan HAp (12, 16 dan 20 jam) dengan nisbah mol Ca/P pada PCC / $(NH_4)_2HPO_4$ (1,61; 1,67 dan 1,73). Hasil sintesis akan dianalisa dengan menggunakan x-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscopy (SEM) dan fourier transform infrared (FTIR).

II. Metode Penelitian

2.1 Alat yang Digunakan

Alat - alat yang digunakan dalam peneltian 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, alat FTIR, XRD dan SEM. Rangkaian alat sintesis

hidroksiapatit dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Rangkaian Alat Sintesis Hidroksiapatit

2.2 Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan adalah cangkang kerang darah yang diperoleh dari rumah makan *seafood* (Pekanbaru, Riau), HNO_3 2M, NH_4OH 33% merek J.T.Baker, gas CO_2, aquades dan $(NH_4)_2HPO_4$ merek Darmstadt.

2.3 Variabel Penelitian

Variabel tetap pada penelitian ini adalah ukuran cangkang kerang yang telah dihaluskan 100-120 *mesh*, pH reaksi 11, suhu reaksi 140^{o}C, dan tekanan 3,5 atm. Variabel berubah pada penelitian ini adalah waktu reaksi 12, 16, 20 jam dan rasio Ca/P 1,61; 1,67; dan 1,73.

2.4 Rancangan Percobaan

Rancangan percobaan ini merupakan tahapan prosedural dalam melakukan penelitian. Tahapan proses dimulai dari persiapan bahan baku, penentuaa cangkang kerang darah, tahap sintesis *Precipitated Calcium Carbonate*, dan tahap pemurnian hidroksiapatit. Dilakukan juga tahapan analisa, seperti analisa FTIR, analisa XRD dan analisa SEM.

2.5 Prosedur Penelitian

2.5.1 Persiapan Bahan Baku

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.*

2.5.2 Penentuan Kadar Ca Cangkang Kerang Darah

Sampel ditimbang 0,1025 gram, lalu ditambah 10 ml asam nitrat pekat. Sampel didestruksi pada suhu 100^{o}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.

2.5.3 Tahap Sintesis *Precipitated Calcium Carbonate*

Cangkang kerang yang sudah dihaluskan hingga berukuran 100 *mesh* selanjutnya dikalsinasi didalam *furnace* dengan suhu 900^{o}C selama 3 jam untuk mendapatkan CaO. CaO yang didapatkan kemudian dilarutkan dengan HNO_3 2M dengan rasio 17 gram CaO/ 300 ml HNO_3 2M dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit setelah itu disaring. Filtrat yang didapat pada proses penyaringan dipanaskan pada suhu 60^{o}C dan diatur sampai pH 12 dengan penambahan NH_4OH pekat lalu disaring kembali. Filtrat yang didapatkan diendapkan dengan menambahkan gas CO_2 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^{o}C sampai berat hasil timbangan yang didapat konstan untuk menghilangkan sisa air dari proses pengendapan.

2.5.4 Tahap Sintesis Hidroksiapatit

Tahap sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan PCC dan $(NH_4)_2HPO_4$ pada variasi rasio mol Ca/P 1,61; 1,67 dan 1,73 dengan pengaturan pH reaksi sebesar 11 menggunakan NH_4OH 33%. Proses pencampuran ini dilakukan didalam *vessel* hidrotermal dengan variasi

waktu reaksi selama 12, 16 dan 20 jam dan pada suhu operasi 140^{o}C pada oven dan tekanan operasi 3,57 atm,

2.5.5 Tahap Pemurnian Hidroksiapatit

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^{o}C dan ditimbang hingga beratnya konstan.

2.5.6 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

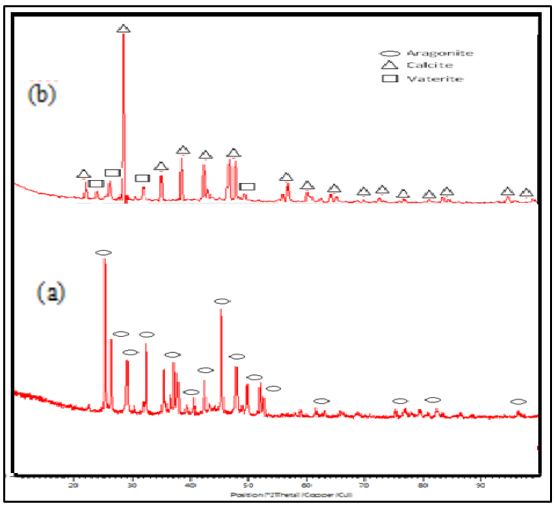
3.1 Karakterisasi PCC Cangkang Kerang Darah

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 $CaCO_3$	76,6
PCC	Total CaO	53,5
	Tara $CaCO_3$	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.

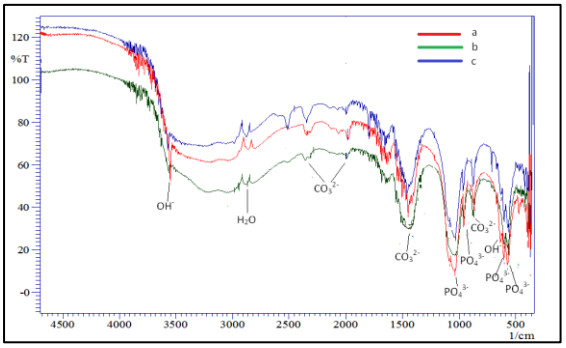


Gambar 3.1 Difraktogram Cangkang Kerang Darah yang Dihaluskan (a) dan PCC (b)

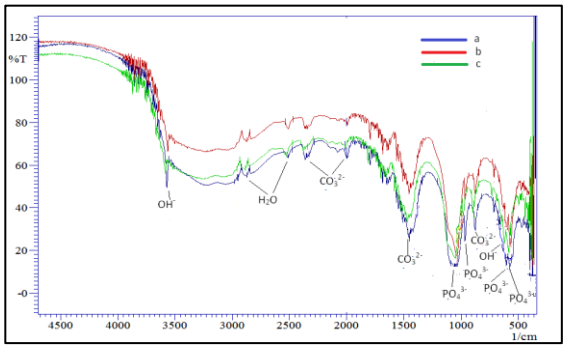
Gambar 3.1 menunjukkan adanya perubahan terhadap $CaCO_3$ awal (Gambar 3.1a) dengan intensitas puncak tertinggi pada sudut 2θ sebesar 26,1o yang merupakan kalsium karbonat dengan jenis kristal aragonite dan struktur kristal orthorombic menjadi PCC (Gambar 3.1b) dengan intensitas puncak tertinggi pada sudut 2θ sebesar 29,37o yang merupakan senyawa kalsium karbonat dengan jenis kristal calcite dan struktur kristal rhombohedral setelah disintesis menjadi PCC. Hal ini dapat dijadikan sebagai indikator bahwa proses sintesis PCC dari cangkang kerang telah berhasil dilakukan.

3.2 Karakteristik HAp menggunakan FTIR

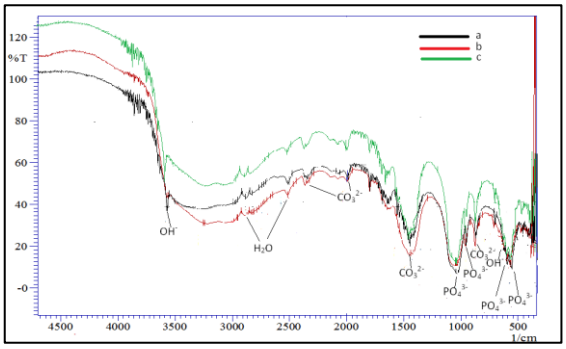
Karakterisasi senyawa hidroksiapatit (HAp) pada penelitian ini dapat dilakukan menggunakan Spektrum *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAp yaitu gugus fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 960 cm^{-1} dan 1000-1100 cm^{-1}, gugus hidroksil (OH^-) pada bilangan gelombang 630 cm^{-1} dan 3540 cm^{-1}, gugus karbonat (CO_3^{2-}) pada bilangan gelombang 873 cm^{-1}, 1450 cm^{-1}, 1640 cm^{-1}, dan 1997 cm^{-1} , dan 2359 cm^{-1}, dan gugus serapan air (H_2O) pada bilangan gelombang 2600 - 3600 cm^{-1} [Raynaud dkk, 2002; Theopile, 2012]. Spektogram FTIR HAp yang disintesis pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.2, Gambar 3.3, dan Gambar 3.4.



Gambar 3.2 Spektogram FTIR HAp sintesis pada waktu reaksi 12 jam pada rasio mol Ca/P (a) 1,61 (b) 1,67, dan (c) 1,73



Gambar 3.3 Spektogram FTIR HAp sintesis pada waktu reaksi 16 jam pada rasio mol Ca/P (a) 1,61 (b) 1,67, dan (c) 1,73



Gambar 3.4 Spektogram FTIR HAp sintesis pada waktu reaksi 20 jam pada rasio mol Ca/P (a) 1,61 (b) 1,67, dan (c) 1,73

Gambar 3.2, 3.3, dan 3.4 memperlihatkan bahwa pada waktu reaksi 12, 16 dan 20 jam dengan rasio mol Ca/P 1,61, 1,67 dan 1,73 telah terdapat gugus fosfat (PO_4^{3-}) berkisar pada bilangan gelombang 564,20 cm-1, 601,82 cm-1, 961,56 cm-1, dan 1035,82 cm 1, gugus hidroksil (OH^-) berkisar pada bilangan gelombang 632,68 cm-1, dan 3566,53 cm-1, gugus karbonat (CO_3^{2-}) berkisar pada bilangan gelombang 873,79 dan 1456,32 cm-1, dan (H_2O) berkisar pada bilangan gelombang 2840,30cm-1, 2952,18 cm-1, dan 2985,94 cm-1. Terbentuknya gugus fosfat (PO_4^{3-}), gugus hidroksil (OH^-), dan gugus karbonat (CO_3^{2-}) mengindikasikan bahwa HAp telah terbentuk [Theopile, 2012].

3.3 Pengaruh Rasio Mol Ca/P dan Waktu Reaksi terhadap Karakteristik HAp

Gambar 3.2, 3.3 dan 3.4 memperlihatkan bahwa rasio Ca/P terbaik untuk sintesis HAp yang direaksikan selama 12, 16 dan 20 jam adalah 1,61, dimana pada rasio Ca/P 1,61 terlihat memiliki puncak gugus PO_4^{3-} yang lebih tajam dibandingkan dengan rasio Ca/P 1,67 dan 1,73. Semakin tajam puncak gugus PO_4^{3-} mengindikasikan pertumbuhan kristal yang semakin baik, yang artinya HAp yang didapat semakin baik [Stanciu dkk, 2007]. Semakin tajamnya puncak gugus PO_4^{3-} ini disebabkan ketika jumlah kalsium konstan, semakin kecil rasio mol Ca/P maka jumlah

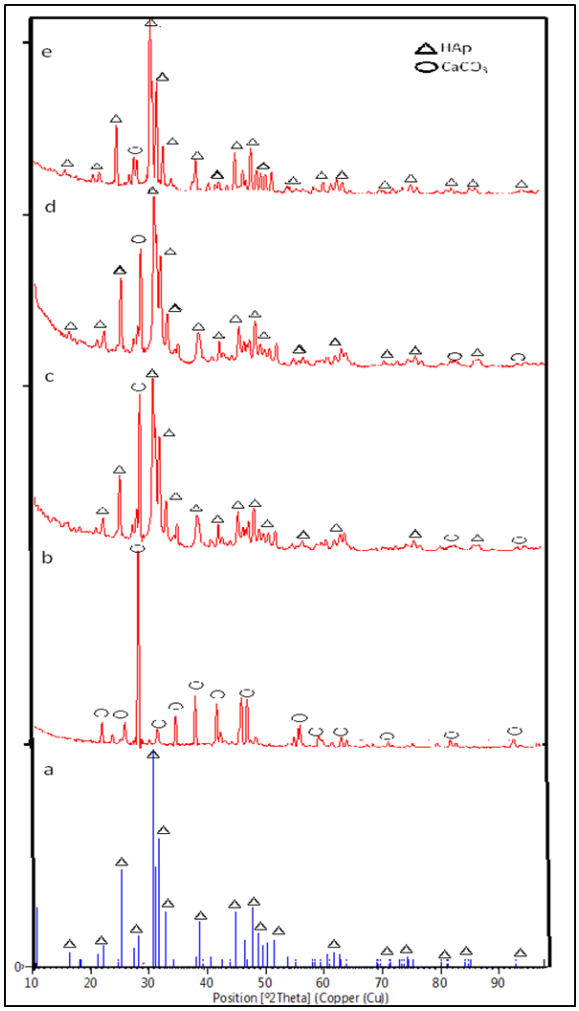
fosfor yang merupakan unsur utama penyusun HAp semakin besar. Sehingga lebih banyak fosfor yang bereaksi dengan kalsium dan semakin banyak pula ion PO_4^{3-} yang terbentuk. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Wathi dkk, (2014), dimana semakin besar jumlah fosfor yang direaksikan dengan kalsium, maka semakin banyak pula ion PO_4^{3-} yang terbentuk.

Gambar 3.2(a), 3.3(a), dan 3.4(a) juga memperlihatkan bahwa waktu reaksi terbaik untuk sintesis senyawa HAp pada rasio Ca/P 1,61 adalah 20 jam yang memiliki puncak gugus PO_4^{3-} yang lebih tajam dibandingkan dengan HAp yang disintesis pada waktu 12 dan 16 jam. Setelah dibandingkan hasil sintesis HAp dari semua variasi yang telah dilakukan, maka disimpulkan HAp hasil sintesis terbaik yaitu pada rasio mol Ca/P 1,61 dengan waktu reaksi 20 jam yang memiliki gugus PO_4^{3-} yang paling tajam.

3.3 Karakteristik HAp menggunakan XRD

Untuk memperkuat analisa hasil karakterisasi dari FTIR, maka HAp yang disintesis pada rasio mol Ca/P 1,61 dengan waktu reaksi 12, 16 dan 20 jam dikarakterisasi lebih lanjut dengan X Ray Diffraction (XRD). Karakterisasi dengan menggunakan XRD dilakukan secara kualitatif, yaitu dengan membandingkan puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram HAp hasil sintesis dengan puncak-puncak pada difraktogram PCC sintesis dan HAp standar dari data JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) dengan No. 00-024-33. Perbandingan difraktogram antara PCC, HAp standar CPDS dan senyawa HAp pada rasio Ca/P dengan waktu reaksi 12, 16 dan 20 jam pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.5.

Berdasarkan perbandingan dari difraktogram pada Gambar 3.5 terlihat bahwa telah terjadi perubahan nilai puncak difraktogram dari bahan baku PCC (Gambar 3.5b) dengan intensitas utama pada nilai 2θ sebesar 29,392o menjadi hidroksiapatit (Gambar 3.5c,d,e) dengan masing - masing intensitas utama pada nilai 2θ sebesar 31,729o, 31,723o, dan 31,779o. Hal ini mengindikasikan PCC telah terkonversi menadi HAp. Untuk memperkuat bahwa telah terbentuk senyawa HAp maka puncak - puncak difraktogram yang terbentuk (Gambar 3.5c, d, e) diidentifikasi berdasarkan data JCPDS. Berdasarkan JCPDS No. 00-024-33 untuk fasa HAp dicirikan intensitas standar pada nilai 2θ sebesar 25,879, 31,739, 32,185, 32,865, dan 34,098. Untuk HAp hasil sintesis pada rasio mol Ca/P 1,61 dengan waktu reaksi 12 jam (Gambar 3.5c) , intensitas utama pada nilai 2θ sebesar 25,940, 31,729, 32,284, 32,890, dan 34,103. Untuk HAp hasil sintesis pada rasio mol Ca/P 1,61 dengan waktu reaksi 16 jam (Gambar 3.5d), intensitas utama pada nilai 2θ sebesar 25,945, 31,723, 32,232, 32,865, dan 34,141. Untuk HAp hasil sintesis pada rasio mol Ca/P 1,61 dengan waktu reaksi 20 jam (Gambar 3.5e), intensitas utama pada nilai 2θ sebesar 25,934, 31,779, 32,290, 32,970, dan 34,159. Setelah dibandingkan antara difraktogram hasil penelitian dengan difraktogram standar HAp, maka dapat disimpulkan bahwa difraktogram HAp hasil penelitian ini memiliki nilai 2θ yang hampir sama dengan difraktogram HAp standar. Dengan demikian karekterisasi menggunakan XRD ini membuktikan keberadaan senyawa HAp pada karakterisasi menggunakan FTIR. Ukuran rata-rata kristal dari HAp yang disintesis adalah 39,35 nm (nanometer) yang diperoleh dari perhitungan dengan Persamaan Scherrer .



Gambar 3.5 Difraktogram (a) HAp Standar (JCPDS), (b) PCC dan HAp Sintesis Rasio Ca/P 1,61 pada Waktu Reaksi (c) 12 Jam, (d) 16 Jam, dan (e) 20 Jam.

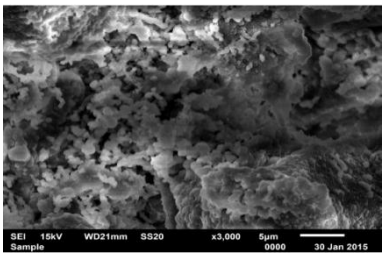
Pada karakterisasi menggunakan XRD teridentifikasi fasa selain senyawa HAp, yaitu kalsium karbonat ($CaCO_3$). Adanya senyawa kalsium karbonat ini mengindikasikan bahwa masih terdapat sisa reaktan berupa PCC yang belum terkonversi menjadi HAp. Pada Gambar 3.5(c)(d)(e) juga dapat dilihat bahwa semakin lama waktu reaksi maka semakin berkurang intensitas puncak dari senyawa $CaCO_3$ yang merupakan bahan baku dari sintesis HAp penelitian ini. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Zang dan Vechio [2005] dimana semakin meningkat waktu reaksi maka semakin banyak kristal $CaCO_3$ yang terkonversi menjadi HAp. Data yield dan konversi yang didapatkan memperlihatkan bahwa semakin lama waktu reaksi maka semakin tinggi yield dan konversi produk HAp yang didapatkan. Data yield dan konversi HAp dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 *Yield* dan Konversi HAp Sintesis pada Rasio Ca/P 1,61 dengan Variasi Waktu Reaksi 12, 16, dan 20 jam.

No.	Waktu Reaksi (jam)	Berat Reaktan (gr)	Berat produk akhir (gr)	*Yield* (%)	Konversi (%)
1	12	3	2,68	89,33	73,00
2	16	3	2,78	92,66	80,65
3	20	3	2,9	96,66	91,99

Perhitungan yield didasarkan pada perbandingan antara massa PCC dengan massa produk akhir yang terbentuk setelah proses pengeringan, dimana perhitungan ini mengacu pada perhitungan yield dari penelitian Pratiwi [2014]. Berdasarkan perbandingan hasil karakterisasi menggunakan menggunakan FTIR, XRD, yield, dan konversi produk yang didapatkan maka diperoleh kondisi sintesis terbaik pada penelitian ini, yaitu pada sintesis HAp dengan rasio Ca/P 1,61 dan waktu reaksi 20 jam dengan yield 96,66% dan konversi sebesar 91,99%.

3.3 Karakteristik HAp menggunakan SEM



Gambar 3.6 Hasil analisis SEM sampel hidroksiapatit dengan pembesaran 3000 X.

Pengamatan morfologi /permukaan menggunakan SEM untuk partikel HAp yang disintesis mengalami aglomerasi atau penggumpalan. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Hui dkk, (2010), dimana partikel yang diamati mengalami aglomerasi. Menurut Chaudhry dkk,

(2006), kristal dari HAp yang disintesis dengan metode hidrotermal akan mengalami aglomerasi. Hal ini juga dipertegas oleh Suryadi (2011), dimana kristalit dari HAp cenderung membentuk aglomerat dengan rata-rata ukuran kristalnya berada pada rentang 15-50 nm.

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

4.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari hasil penelitian ini adalah :

1. Hidroksiapatit (HAp) dapat dihasilkan dari PCC cangkang kerang darah (anadara granosa) dengan metode hidrotermal.
2. Gugus fungsi yang teramati pada FTIR untuk HAp yang disintesis yaitu fosfat (PO43-), hidroksil (OH-), dan karbonat (CO32-) yang membuktikan telah terbentuknya HAp. Terbentuknya puncak-puncak utama HAp pada data XRD yang sesuai dengan data JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) No.00-024-33 telah memperkuat kebenaran terbentuknya HAp.
3. Semakin kecil rasio mol Ca/P dan semakin lama waktu reaksi maka semakin banyak HAp yang terbentuk.
4. Kondisi terbaik untuk sintesis HAp pada penelitian ini didapat pada rasio mol Ca/P 1,61 dan waktu reaksi selama 20 jam.

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 HAp dari PCC cangkang kerang darah dengan memvariasikan pelarut yang digunakan untuk melihat pengaruhnya terhadap karakteristik HAp yang didapatkan.

DAFTAR PUSTAKA

Azis, Y., Zultiniar, N. Jamarun, dan S. Arief. 2014. *Sintesis Hidrotermal Bio-Keramik Hidroksiapatit dari Terumbu Karang Sumatera Barat*. Prosiding SEMIRATA 2014 Bidang MIPA BKS-PTN Barat. Page 222.

Bingol, O. R., dan C. Durucan. 2012. *Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite from Kalsium Sulfate Hemihydrate*. Am. J. Biomed. Sci. 4(1). 50-59.

Chaudhry, A. A., Haque, S., Kellici, S., Paul, B., Rehman, I., Khalid, F. A. & Darr, J. A. 2006. *Instant Nano-Hydroxyapatite: a Continuous and Rapid Hydrothermal Synthesis*. Journal of The Royal Society of Chemistry. 2286-2288.

Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. 2011. *Statistika Perikanan Tangkap Indonesia 2010*. Kementrian Perikanan dan Kelautan Indonesia. Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. Jakarta.

Hien, V. D., D. Q. Huong, dan P. T. N. Bich. 2010. *Study of the Formation of Porous Hydroxyapatite Ceramics from Corals via Hydrothermal Process*. Journal of Chemistry. Vol. 48 (5). P. 591 - 596.

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.

Muntamah. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (anadara granosa,sp)*. Tesis. IPB. Bogor.

Pratiwi, D. I. 2014. *Pengaruh Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan pada Sintesa Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa) dengan Metode Hidrtotermal Suhu Rendah*. Skripsi. Universitas Riau.

Raynaud, S., E. Champion, dan B. Assollant. 2022. Calcium Phosphate Apatite with Variable Ca/P atomic Ratio 1. Synthesis, Characterization and Thermal Stability of Powders. Biomaterials. No 23. Pp 1065-1072.

Stanciu, G. A., I. Sandulescu, B. Savu, S. G. Stanciu, K. M. Paraskevopoulos, X. Chatziastavrou, E. Kontonasaki, dan P. Koidis. 2007. *Investigation of the Hydroxyapatite Growth on Bioactive Glass Surface.* Journal of Biomedical and Pharmaceutical Engineering. 1(1): 34-39.

Suryadi, 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*. Tesis Magister. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.

Theopile, T. 2012. *Infrared Spectroscopy*. Materials Science, Engineering and Technology. Intech.

Wathi, A. F. D., S. Wardhani, dan M. M. Khunur. 2014. *Pengaruh Perbandingan Massa Ca:P Terhadap Sintesis Hidroksiapatit Tulang Sapi dengan Metode Kering*. Chemical Student Journal. 1(2): 196-202

Zang, X., K. S. Vecchio, J. B. Massie, M. Wang, dan C. W. Kim. 2007. *Conversion of Bulk Seashells to Biocompatible Hydroxyapatite for Bone Implants*. Acta Biomaterialia. 3: 910–918.