

PENGARUH SUHU SINTESIS TERHADAP KEMURNIAN HIDROKSIAPATIT BERDASAR CANGKANG TELUR AYAM RAS DENGAN METODE SOL – GEL

Firmansyah Fariz Prasaja

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: firmansyah.20084@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Penelitian memakai metode *sol-gel* dan sumber kalsium yang dipakai Cangkang telur ayam ras. Suhu sintering sangat memengaruhi kualitas hidroksiapatit. Penelitian ini, hidroksiapatit dilakukan proses kalsinasi pada suhu 1000°C selama 3,5 jam. Lalu dilakukan sintering selama 6,5 jam dengan variasi suhu 550°C, 750°C, dan 950°C. Hasil dari sintesis itu akan dikarakterisasi memakai *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan dapat diketahui fasanya sedangkan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk menguji penentuan morfologinya. Diperoleh variasi suhu sintering pada proses *sol-gel* memiliki pengaruh terhadap tingkat kemurnian dan kristalinitas hidroksiapatit yang dihasilkan. Dari uji XRD sample dengan variasi suhu 950°C memiliki tingkat kemurnian 84,2%, dengan kristalinitas sebesar 83,15%. bentuk morfologi yang di dapat, dalam penelitian ini hasil uji SEM memperlihatkan bentuk morfologi granular yang beragam dan merapatnya antar partikel seiring meningkatnya variasi suhu, Bentuk terbaik dan juga kerapatan antar partikel terbaik terjadi pada sample dengan variasi suhu 950°C.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, Kalsinasi, Metode Sol – Gel, Cangkang Telur Ayam Ras.

Abstract

In the current research, the sol-gel method used and the calcium source used purebred chicken egg shells. Sintering temperature greatly influence the quality of hydroxyapatite. In this research, hydroxyapatite was subjected to a calcination process at a temperature of 1000°C for 3.5 hours. Then sintering was carried out for 6.5 hours with temperature variations of 550°C, 750°C and 950°C. The synthetic results will be characterized using an X-Ray Diffractometer (XRD) and the phase can be determined while the Scanning Electron Microscope (SEM) will be tested to determine the morphology. Obtained variations in sintering temperature in the sol-gel process have an influence on the level of purity and crystallinity of the hydroxyapatite produced. From the XRD test, the sample with a temperature variation of 950°C has a purity level of 84.2%, with a crystallinity of 83.15%. The morphological forms obtained, in this study, the SEM test results show a variety of granular morphological forms and the closer together of the particles as temperature variations increase. The best shape and also the best density between particles occur in samples with a temperature variation of 950°C.

Keywords: Hydroxyapatite, Calcination, Sol – Gel Method, Chicken Egg Shells.

PENDAHULUAN

Pada umumnya, cangkang telur ayam sering dianggap sebagai limbah tanpa nilai ekonomi dan dibuang begitu saja. Namun, beberapa referensi memperlihatkan cangkang telur ayam mengandung kalsium karbonat (CaCO_3) hingga 98,9%, yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium untuk sintesis hidroksiapatit (HAp) (Puspita & Cahyaningrum, 2017). Selain itu, kalsinasi cangkang telur ayam menghasilkan kalsium oksida (CaO) dengan kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan kalsinasi cangkang telur puyuh (Ranamanggala et al., 2020).

Hidroksiapatit ialah senyawa biokeramik yang terbentuk dari kalsium dan fosfor dengan rasio Ca/P sebesar 1,667 (Cisneros-Pineda et al., 2014). HAp unggul karena sifatnya yang biokompatibel, tidak beracun, non-

imunogenik, non-inflamasi, dan bioaktif, serta memiliki struktur kristal serupa dengan hidroksiapatit pada tulang dan gigi manusia (Ranamanggala et al., 2020). Penelitian sebelumnya memperlihatkan bahan pengganti tulang dari biokeramik hidroksiapatit dapat berinteraksi dengan jaringan tubuh dan tidak perlu dihilangkan (Ranamanggala, et al. 2018).

Berbagai metode sintesis hidroksiapatit telah dilakukan, seperti metode presipitasi, hidrotermal, sol-gel, dan radiolisis gamma (Nurfiana et al., 2020). Dalam penelitian ini, dipakai metode sol-gel. Metode sol-gel ialah proses pembentukan polimer anorganik atau keramik dari larutan melalui transformasi dari prekursor cair menjadi sol, kemudian menjadi struktur jaringan yang disebut "gel". Metode ini dipakai karena memiliki beberapa keunggulan seperti menghasilkan produk dengan homogenitas tinggi

dan menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi (Elma, 2018).

Berdasar pada penelitian sebelumnya tentang sintesis HAp yang memanfaatkan cangkang telur ayam dan diamonium hidrogen fosfat $((\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4)$. Hasil dari penelitian itu menyimpulkan HAp terbaik yang disintesis ialah metode kering menghasilkan HAp dengan massa $((\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4)$ sebesar 2,5560 gram dan massa cangkang telur sebesar 1,05 gram (R. Ruslan, 2015). Penelitian terbaru memperlihatkan cangkang telur ayam dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium untuk sintesis hidroksiapatit (HAp) dan asam ortofosfat (H_3PO_4) sebagai sumber fosfat. Hasil penelitian memperlihatkan metode hidrotermal pada suhu 1000°C menghasilkan hidroksiapatit terbaik, dengan rasio stoikiometri Ca/P sebesar 1,65 yang mendekati rasio stoikiometri tulang alami sebesar 1,667 (Agbabiaka et al., 2020).

METODE

Jenis Penelitian

Penelitian yang dilakukan memakai penelitian eksperimental (*experimental research*). Pada percobaan ini, peneliti memvariasikan variabel suhu dan waktu untuk mendapatkan suhu dan lama waktu yang optimum sintesis hidroksiapatit dengan memakai metode *Sol-gel*.

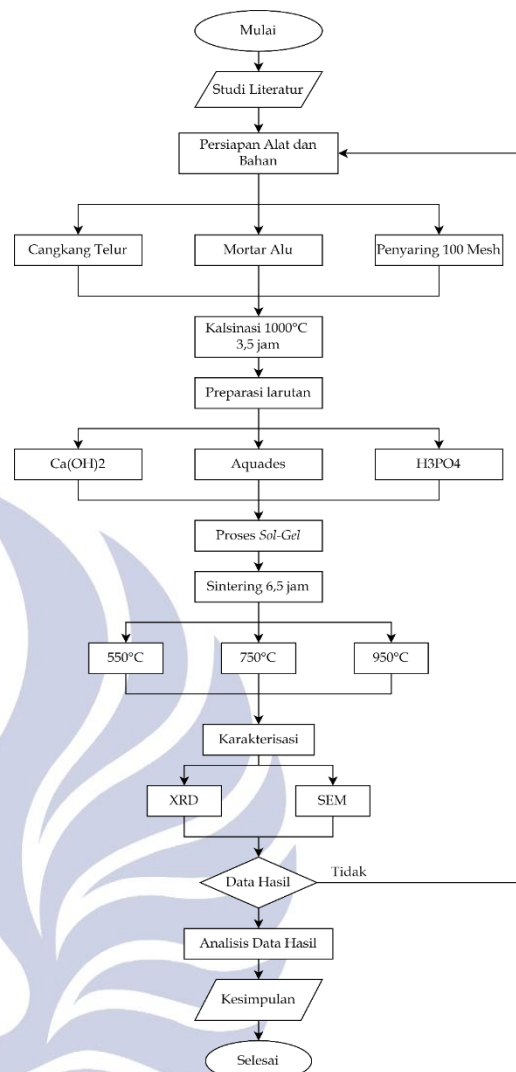
Variabel Penelitian

- **Variabel Kontrol**
Penelitian ini memakai variable control cangkang telur ayam ras, asam fosfat (H_3PO_4), *aquades*, waktu *sintering* selama 6,5 jam, dan metode *sol-gel*
- **Variabel Bebas**
Variabel Bebas dalam penelitian ini meliputi variasi suhu *sintering* sebesar 550°C , 750°C , dan 950°C .
- **Variabel Terikat**
Variabel terikat pada penelitian ini meliputi karakteristik hidroksiapatit berbahan cangkang telur dengan uji *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM).

Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan-bahan yang akan dipakai dalam penelitian ini antara lain: Cangkang telur ayam ras, asam fosfat (H_3PO_4), dan *aquades*
2. Alat yang dipakai untuk penelitian: Peralatan untuk pembuatan cangkang telur meliputi neraca digital, gelas *beaker*, mortar pipet tetes, krus porselen, gelas ukur, ayakan 100 mesh, *stirrer bar*, *furnace*, oven, dan *magnetic stirrer*. Untuk peralatan karakterisasi cangkang telur meliputi seperangkat alat uji XRD (*X-ray Diffraction*) dan uji SEM (*Scanning Electron Microscope*).

Alur Penelitian



Gambar 1. Diagram Alur Penelitian

Prosedur Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan melalui tiga tahap, yaitu persiapan bahan, pembuatan sampel, dan karakterisasi sampel. Pembuatan sampel terdiri dari sintesis hidroksiapatit dengan memakai metode *sol-gel*. Sementara untuk karakterisasi sampel terdiri dari uji XRD dan uji SEM.

• Persiapan Bahan

Pembuatan bahan diawali dengan mencuci cangkang telur dengan air dan menyikatnya hingga lapisannya terpisah. Cangkang telur itu kemudian dijemur di bawah sinar matahari selama 24 jam. Cangkang telur yang sudah kering dihaluskan dengan mortar dan dipisahkan memakai ayakan berukuran 100 mesh.

• Pembuatan Sampel

Cangkang telur yang sudah dihaluskan dan diayak dilakukan proses Kalsinasi dengan temperatur 1000°C selama 3,5 jam. Tahap pembuatan sampel memakai metode *sol-gel* meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*), dan pengeringan. Langkah pertama yaitu melakukan proses hidrolisis dengan

mencampurkan kalsium hidroksida yang terdiri dari cangkang telur ayam sebesar 14,8gram dan aquades sebanyak 200ml dengan asam fosfat H_3PO_4 85% sebanyak 8,1 ml memakai *magnetic stirrer* selama 2 jam agar sampel tercampur secara homogen (Suryadi, 2011). Langkah kedua yaitu kondensasi, terjadi transisi dari *sol* menjadi *gel* ketika dipanaskan pada suhu $150^{\circ}C$ sampai pekat. Fasa anatase dalam keadaan tidak beraturan (amorf) terbentuk. Langkah ketiga yaitu pematangan *gel* yang dibentuk (*aging*) dengan mendinginkan *gel* selama 24 jam. Pada proses ini terjadi pembentukan jaringan *gel* yang kuat dan menyusut dalam larutan. Langkah keempat atau tahap pengeringan dilakukan pada suhu $250^{\circ}C$ kemudian diperoleh serbuk hidroksiapatit (HA). Kemudian melakukan proses *sintering* pada variasi suhu $550^{\circ}C$, $750^{\circ}C$, dan $950^{\circ}C$ selama 6,5 jam.

Tabel 1. Perhitungan jumlah sampel sintesis hidroksiapatit

Sampel	Suhu Sintering ($^{\circ}C$)
A	$550^{\circ}C$
B	$750^{\circ}C$
C	$950^{\circ}C$

- Karakteristik Sampel

Karakterisasi pada pembentukan hidroksiapatit berbahan cangkang telur dengan metode *sol-gel* memakai uji *X-Ray Diffraction* (XRD), uji *Scanning Electron Microscope* (SEM).

- Uji *X - Ray Difracton* (XRD)

XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fraksi volume, ukuran kristal dan derajat kristalinitas. Hasil dari pengujian sampel dengan alat uji XRD berupa grafik dan tabel. Hasil XRD dapat dianalisis secara dengan memakai *software*. Berikut ialah langkah-langkah teknis operasional terkait cara kerja alat XRD untuk mendeteksi adanya kristal : Persiapan sampel, Penyesuaian alat, Pengukuran Pola Difraksi, Analisis Pola Difraksi dan Interpretasi Hasil.

Tabel 2. Racangan Hasil Karakterisasi XRD

Kandungan	Suhu dan Lama Waktu Kalsinasi		
	$550^{\circ}C$ (6,5 Jam)	$750^{\circ}C$ (6,5 Jam)	$950^{\circ}C$ (6,5 Jam)
Kemurnian (%)			
Derajat Kristalinitas (%)			

Ukuran Kristal (nm)			
---------------------	--	--	--

- Uji *Scanning Electtrone Microscope* (SEM)

Pengujian ini dilakukan dengan alat uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) di Laboratorium Biologi Universitas Muhammadiyah Malang. SEM berfungsi memberikan informasi tentang topografi dan morfologi sampel yang dianalisis (Girão et al., 2017). Topografi ialah kemampuan untuk menganalisis permukaan dan tekstur. Morfologi ialah kemampuan untuk menganalisis bentuk dan ukuran suatu objek sampel (Subyanto, 2015). Berikut ialah penjelasan secara teknis operasional cara kerja SEM untuk mendeteksi morfologi atau bentuk kristal : Penyiapan Sampel, Penyetelan SEM, dan Pengamatan Morfologi Kristal.

Analisis Data

Analisis data dari karakterisasi memakai perangkat lunak merupakan langkah penting dalam mendapatkan informasi yang lebih mendalam dari hasil karakterisasi. Perangkat lunak, yang juga dikenal sebagai *software*, merupakan sekumpulan data elektronik yang disimpan dan dikelola oleh komputer. Data yang disimpan dapat berupa program atau skrip yang memungkinkan eksekusi perintah tertentu (Pudjoatmodjo & Wijaya, 2016).

Setiap teknik karakterisasi memerlukan perangkat lunak yang berbeda untuk mengolah dan menganalisis hasilnya. Sebagai contoh, untuk menganalisis data dari uji *X-Ray Diffraction* (XRD), *software* MATCH Versi 3.8.1 sering dipakai. *Software* ini memungkinkan analisis pola difraksi sinar-X untuk mengidentifikasi fase-fase kristal yang ada dalam sampel.

Sementara itu, untuk pengolahan hasil dari *Scanning Electron Microscope* (SEM), *software* yang umum dipakai ialah Origins. *Software* ini memungkinkan visualisasi dan analisis struktur permukaan sampel dengan resolusi tinggi melalui citra mikroskop elektron.

Kedua jenis perangkat lunak itu memberikan kemampuan untuk memahami secara lebih mendalam sifat-sifat material yang diamati, membantu dalam identifikasi fase-fase material, struktur mikro, dan makro dari sampel yang telah dikarakterisasi. Hal ini penting dalam menginterpretasikan data dan mengambil kesimpulan yang lebih akurat dari hasil karakterisasi yang sudah dilakukan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Penelitian

Serbuk cangkang telur yang telah halus dan di saring, dilakukan proses kalsinasi dan dilanjut dengan proses *sol-gel* beserta sinterng nya, hasil kalsinasi serbuk cangkang telur. Setelah dikalsinasi, warna serbuk cangkang telur yang semula kecoklatan berubah menjadi putih. Perubahan warna ini disebabkan oleh suhu kalsinasi yang menghilangkan senyawa organik. Warna putih pada hasil kalsinasi memperlihatkan proses degradasi material organik telah selesai (Riyanto, 2013).



Gambar 2. Hasil Sebelum dan Sesudah kalsiniasi serbuk cangkang telur.

Proses kalsinasi serbuk cangkang telur menghilangkan komponen organik di dalamnya, sehingga kalsium karbonat (CaCO_3) terdekomposisi menjadi kalsium oksida (CaO). Kalsium oksida (CaO) yang dihasilkan dari cangkang telur dan cangkang kerang darah digunakan sebagai sumber prekursor kalsium (Ca) dalam sintesis hidroksiapatit (Khoirudin, 2015).



Gambar 3. Hasil setelah Sol – Gel dan sinterng

Setelah kalsinasi, serbuk cangkang telur dilakukan proses *sol-gel* beserta sinterng. Selanjutnya dilakukan uji XRD untuk mengetahui kemurnian, kristalinitas dan ukuran partikelnya dan SEM untuk mengetahui morfologinya

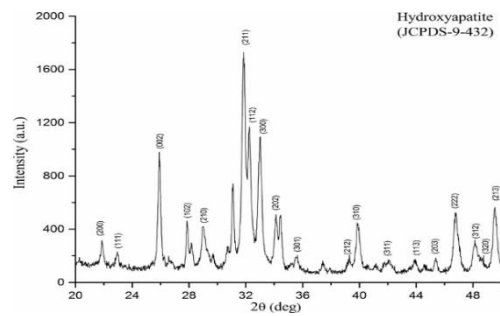
- Hasil Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Uji karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fasa-fasa pada setiap material. Hasil peak HA sintetis dibandingkan dengan HA stoikiometri (JCPDS 09-432).

Menurut Suryadi (2011), hasil sintesis hidroksiapatit memperlihatkan puncak tertinggi pada bidang kristal 121, 211, dan 300, yang muncul pada 2theta sekitar $31,70^\circ$ - $32,84^\circ$ dengan intensitas tertinggi sebesar 1000.

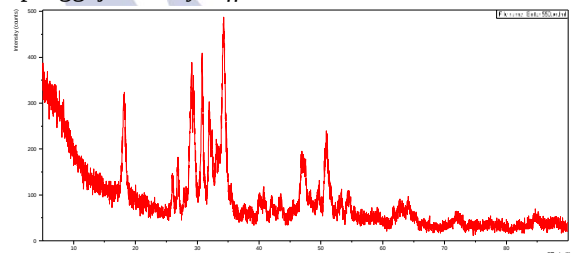
Berdasarkan analisis XRD, Ningsih (2014) menyatakan derajat kristalinitas hidroksiapatit terlihat dari tingginya intensitas dan sempitnya puncak pada pola difraksi.

Makin sempit dan tinggi puncaknya, makin tinggi kristalinitas hidroksiapatit



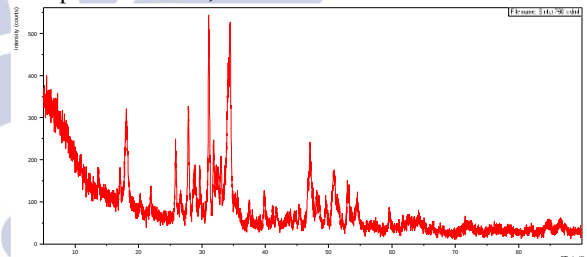
Gambar 4. JCPDS 09-432

Pada uji sampel serbuk hidroksiapatit dari cangkang telur ayam memakai spektrum XRD dengan sudut 2 theta yang dipakai ialah antara sudut 10° - 80° . Berikut ialah hasil dari pengujian *x-ray diffraction*.



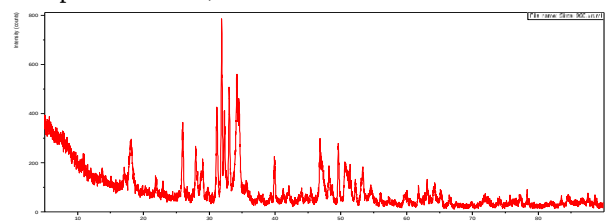
Gambar 5. Hasil XRD sinterng 550°C

Pada gambar 5 data hasil pengujian XRD spesimen pada suhu 550°C puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut $18,06^\circ$, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut $34,25^\circ$.



Gambar 6. Hasil xrd sinterng 750°C

Pada gambar 6 data hasil pengujian XRD spesimen pada suhu 750°C puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut $18,05^\circ$, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut $30,88^\circ$.



Gambar 7. Hasil xrd sinterng 950°C

Pada gambar 7 data hasil pengujian XRD spesimen pada suhu 950°C puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut $18,14^\circ$, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut $31,86^\circ$.

Dari hasil XRD diatas intensitas yang diperoleh HAP cangkang telur ayam mempunyai puncak yang hampir sama dengan data acuan XRD JCPDS No. 09-432. Hal ini memperlihatkan hasil penelitian yang diperoleh ialah senyawa Hap.

- Kemurnian

Tingkat kemurnian pada hidroksiapatit sintetik merupakan salah satu nilai yang sangat penting pada hasil sintesis hidroksiapatit. Kemurnian hidroksiapatit didapat dengan membandingkan hasil data puncak XRD (*X-Ray Diffraction*) hidroksiapatit pada *software match*.

Tabel 3. Hasil olah data *x-ray diffraction* dengan *software match*

Suhu 550°			
Entry Number	Rumus kimia	Nama	Jumlah(%)
96-901-0051	Ca ₅ H ₂ O ₁₃ P ₃	Hidroksiapatit	62,1
96-702-0139	Ca H ₂ O ₂	Ca(OH) ₂	37,9
Suhu 750°			
Entry Number	Rumus kimia	Nama	Jumlah(%)
96-901-0051	Ca ₅ H ₂ O ₁₃ P ₃	Hidroksiapatit	56
96-702-0139	Ca H ₂ O ₂	Ca(OH) ₂	44
Suhu 950°			
Entry Number	Rumus kimia	Nama	Jumlah(%)
96-901-0052	Ca ₅ H ₂ O ₁₃ P ₃	Hidroksiapatit	84,2
96-702-0139	Ca H ₂ O ₂	Ca(OH) ₂	15,8

- Kristalinitas

Persentase kristalinitas akan mempengaruhi sifat mekanis dari hidroksiapatit yang didapat. Makin tinggi persentase kristalinitas maka sifat mekanis yang didapat akan makin baik. Untuk mendapatkan nilai kristalinitas dapat dilakukan dengan analisis data hasil pengujian XRD memakai *software origin*. Untuk mendapatkan nilai persentase kristalinitas dapat memakai rumus berikut :

$$\text{kristalinitas} = \frac{\text{fraksi luas kristalinitas}}{\text{Luas difraktogram}} \times 100\%$$

Berikut ialah hasil perhitungan tingkat kristalinitas dari sampel hidroksiapatit cangkang telur

Tabel 4. Hasil perhitungan kristalinitas hidroksiapatit cangkang telur

No.	Suhu	Kristalinitas
1	550°	75,45%

2	750°	72,06%
3	950°	83,15%

Dari ketiga sampel tersebut memperlihatkan telah melampaui batas standar ISO 13779-1:2008 tentang hidroksiapatit, yaitu 50%.

- Ukuran Partikel

Ukuran partikel hidroksiapatit cangkang telur ayam dapat diketahui dengan menganalisis puncak-puncak pada data XRD (*X-Ray Diffraction*). Makin besar ukuran partikel, maka intensitas puncak pada sudut 2^o juga tinggi yang juga menyebabkan meningkatnya kristalinitas (Hartanto, 2015).

Untuk mendapatkan ukuran butir pada spesimen serbuk cangkang telur ayam dapat dipakai memakai rumus *Debye Scherrer* sebagai berikut

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

D = Ukuran Kristal (nm)

K = Faktor Bentuk Kristal (0:9-1)

λ = Panjang gelombang sinar -x (0.15406 nm)

β = nilai dari *Full Width at half Maximum* (FWHM) (rad)

θ = sudut difraksi (derajat)

Berikut ialah hasil perhitungan ukuran kristal dari sampel hidroksiapatit cangkang telur :

Tabel 5. perhitungan ukuran kristal *hidroksiapatit* cangkang telur

No.	Suhu	Ukuran (nm)
1	550°	14,069
2	750°	23,304
3	950°	30,407

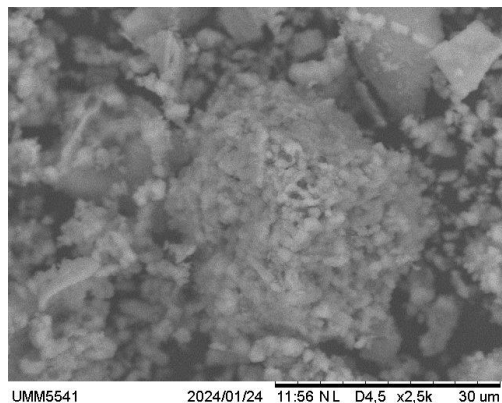
Dari hasil karakterisasi XRD diatas, dapat disimpulkan pada tabel sebagai berikut :

Tabel 6. Hasil Karakteristik XRD

Kandungan	Suhu dan Lama Waktu Kalsinasi		
	550°C (6,5 Jam)	750°C (6,5 Jam)	950°C (6,5 Jam)
Kemurnian (%)	62%	56%	84,2%
Derajat Kristalinitas (%)	75,45%	72,06%	83,15%
Ukuran Kristal (nm)	14,069 nm	23,304 nm	30,407 nm

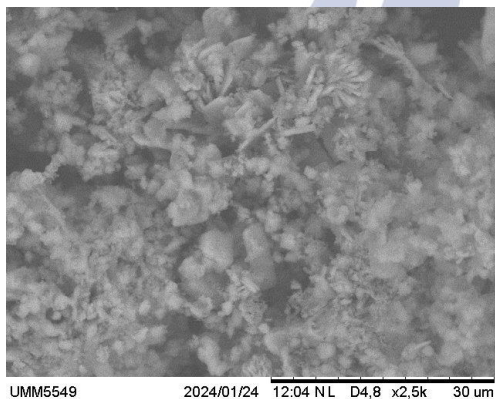
- Hasil Uji *Scanning Electrone Microscope* (SEM)

Pada pengujian SEM ini di lakukan untuk mengetahui bentuk dari butiran partikel serbuk hidroksiapatit dengan perbesaran lensa 2500x



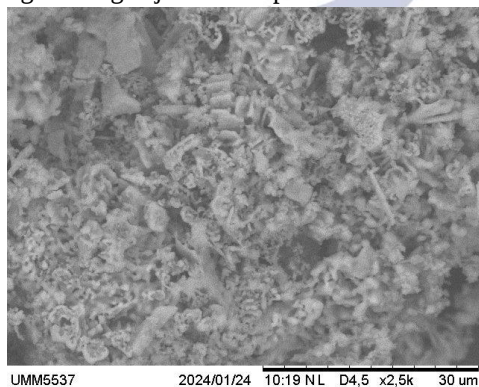
Gambar 8. Hasil SEM 550°C

Terlihat pada sampel hidroksiapatit dengan variasi suhu 550 memiliki bentuk morfologi berbentuk butiran granular dengan beberapa sudut dengan jarak antar partikel berjauhan.



Gambar 9. Pengujian SEM 750°C

Pada sampel hidroksiapatit dengan variasi suhu 750° memiliki bentuk morfologi berbentuk butiran granular yang beragam dengan jarak antar partikel berdekatan.



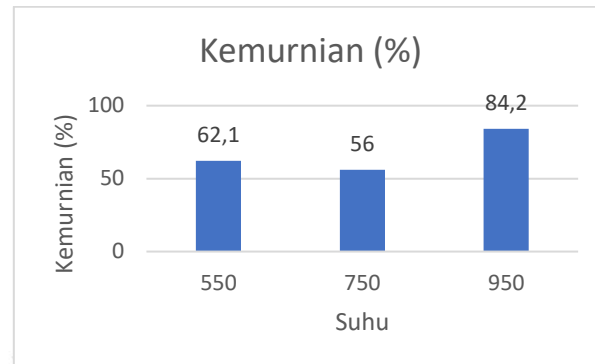
Gambar 10. Pengujian SEM 950°C

Pada sampel hidroksiapatit dengan variasi suhu 950° memiliki bentuk morfologi berbentuk butiran granular dengan jarak antar partikel berdekatan.

Pembahasan

- **Kemurnian**
Hal terpenting dalam sintesis bubuk cangkang telur ayam ialah kemurnian. Makin tinggi kemurnian

hidroksiapatit sintetik yang dihasilkan maka makin tinggi pula kualitas hidroksiapatit sintetik itu menurut database JCPDS (*Committee of Powder Diffraction Standards*).

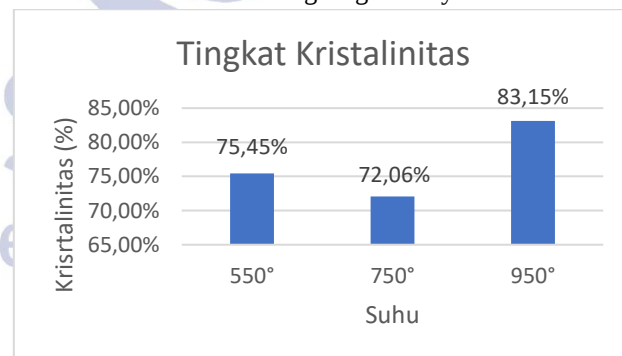


Gambar 11. Grafik Kemurnian Hidroksiapatit Cangkang telur ayam

Dari grafik di atas terlihat hidroksiapatit cangkang telur ayam yang sintering pada suhu 950° mempunyai kemurnian yang tinggi yaitu 84,2%. Hal ini karena pertumbuhan partikel meningkat seiring dengan suhu dan penambahan fase lain terjadi seiring dengan peningkatan pertumbuhan partikel.

- **Kristalinitas**

Dari hasil penelitian sampel yang dilakukan uji dengan spektrum XRD (X-Ray Diffraction) dan analisis didapatkan, kristalinitas serbuk cangkang telur ayam mendapatkan nilai yang lebih tinggi ketika temperatur sintering 950° sebesar 83,15% dan tingkat kristalinitas terkecil terdapat pada sampel yang dilakukan kalisasi dengan temperatur 750° sebesar 72,06%. Pada gambar dibawah ini merupakan grafik dari kristalinitas serbuk cangkang telur ayam.



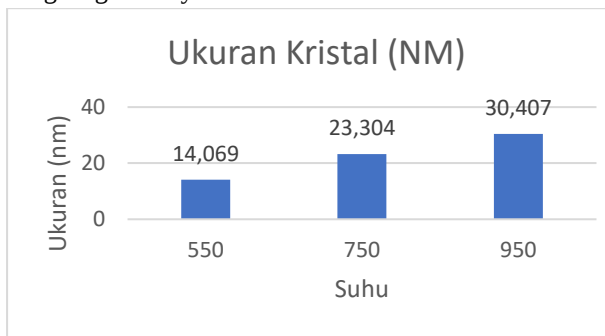
Gambar 12. Grafik Kristalinitas serbuk cangkang telur

Fasa kristalinitas apatit dan kekuatan mekanis material perancah (*sel scaffold*) saling berhubungan, makin tinggi tingkat kristalinitas material memberikan peran serta terhadap kekuatan mekanik yang makin baik (Wopenka dan Pateris 2005).

- **Ukuran Partikel**

Pada hasil kajian sampel yang diuji memakai spektrum XRD (difraksi sinar-X), dapat juga dilakukan analisis

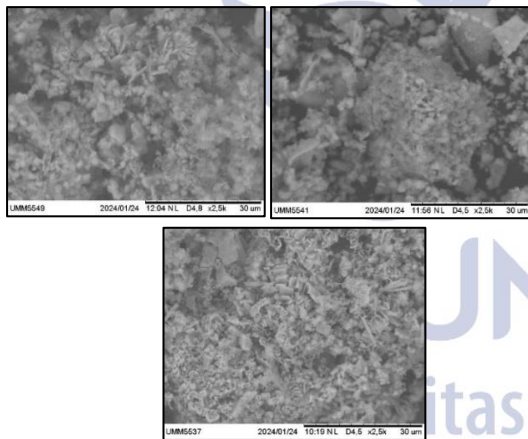
ukuran partikel dan diameter (nm) sampel bubuk cangkang telur ayam.



Gambar 13. Ukuran butir hidroksiapatit cangkang telur ayam

Dari grafik di atas, diketahui ukuran butir terbesar diperoleh pada sampel yang dikalsinasi pada suhu 950°C, yaitu sebesar 30,407 nm, sedangkan ukuran butir terkecil diperoleh pada suhu 550°C, yaitu sebesar 14,069 nm. Variasi suhu sintesis mempengaruhi ukuran kristal dan derajat kristalinitas sampel. Makin tinggi suhu sintesis, makin besar ukuran kristal yang terbentuk. Hal ini terjadi karena suhu sintesis yang lebih tinggi memberikan energi lebih besar pada atom untuk berdifusi dan beraglomerasi, sehingga menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar dan ikatan antar atom yang lebih kuat serta teratur (Ireka et al., 2018).

- Morfologi



Gambar 14. Hasil Uji SEM serbuk cangkang telur ayam, dimulai dari kiri sampel suhu 550°, 750°, dan 950°C

Dari analisis hasil uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) pada gambar diatas dapat disimpulkan bentuk morfologi dari sampel itu makin berdekatan seiring dengan bertambahnya variasi suhu sintesis.

Pada penelitian yang dilakukan Pratama & Irfa'i (2023) dengan judul "Pengaruh Suhu dan Waktu Kalsinasi Terhadap kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi" bentuk morfologi dari sampel dengan nilai kemurnian dan kristalinitas terbaik memiliki bentuk granular

mendekati bola dengan jarak antar partikel rapat. Pada penelitian lain disebutkan makin tinggi temperatur sintesis yang diberikan terhadap sampel, energi yang diterima oleh atom makin besar untuk berdifusi dan beraglomerasi. Sehingga ukuran kristal yang terbentuk makin besar dan ikatan antar atom makin kuat dan teratur (Ireka et al., 2018).

PENUTUP

Simpulan

Variasi suhu sintesis pada proses *sol-gel* memiliki pengaruh terhadap tingkat kemurnian dan kristalinitas hidroksiapatit yang dihasilkan. Dari uji XRD sampel dengan variasi suhu 950° memiliki tingkat kemurnian 84,2% dengan tingkat kristalinitas sebesar 86,43%.

Variasi suhu sintesis pada proses *sol-gel* juga berpengaruh terhadap bentuk morfologi yang di dapat, dalam penelitian ini hasil uji SEM memperlihatkan bentuk morfologi granular yang beragam dan merapatnya antar partikel serta meningkatnya ukuran partikel seiring meningkatnya variasi suhu, Bentuk terbaik dan juga kerapatan antar partikel terbaik terjadi pada sampel dengan variasi suhu 950°

DAFTAR PUSTAKA

- Ranamanggala, J. A., Laily, D. I., Annisa, Y. N., & Cahyaningrum, S. E. (2020). Potensi Hidroksiapatit dari Tulang Ayam Sebagai Pelapis Implan Gigi. *Jurnal Kimia Riset*, 5(2), 141
- Cisneros-Pineda, O. G., Herrera Kao, W., Loría-Bastarrachea, M. I., Veranes-Pantoja, Y., Cauch-Rodríguez, J. V., & Cervantes-Uc, J. M. (2014). Towards optimization of the silanization process of hydroxyapatite for its use in bone cement formulations. *Materials Science & Engineering. C, Materials for Biological Applications*, 40, 157–163
- Puspita, W. F., & Cahyaningrum, S. E. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Ayam Ras (*Gallus gallus*) Memakai Metode Pengendapan Basah. *UNESA Journal of Chemistry*, 6(2), 100–106.
- Nurfiana, F., Kadarwati, A., & Putra, S. (2020). Synthesis and characterization of hydroxyapatite from duck eggshell modified silver by gamma radiolysis method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1436(1), 012099
- Elma, M. (2018). *Proses Sol-gel: Analisis, Fundamental dan Aplikasi*. Lambung Mangkurat University Press.
- R. Ruslan. (2015). *Pengujian struktur kristal biokeramik untuk bahan gigi tiruan*. 1–8.
- Agbabiaka, O. G., Oladele, I. O., Akinwekomi, A. D., Adediran, A. A., Balogun, A. O., Olasunkanm, O. G., & Olayanju, T. M. A. (2020). Effect of calcination

- temperature on hydroxyapatite developed from waste poultry eggshell. *Scientific African*, 8, e00452.
- Suryadi. (2011) Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia
- Girão, A. V., Caputo, G., & Ferro, M. C. (2017). Chapter 6 - Application of Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS). In T. A. P. Rocha-Santos & A. C. B. T.-C. A. C. Duarte (Eds.), *Characterization and Analysis of Microplastics* (Vol. 75, pp. 153–168). Elsevier
- Subyanto, A. (2015). *Pengaruh Suhu Artificia Aging Terhadap Sifat Mekanis dan struktur Mikro Komposit Al-Mg-Si*. 57
- Pudjoatmodjo, B., & Wijaya, R. (2016). Tes Kegunaan (Usability Testing) Pada Aplikasi Kepegawaian Dengan Memakai System Usability Scale (Studi Kasus: Dinas Pertanian Kabupaten Bandung). *SEMNASSTEKNOMEDIA ONLINE*, 4(1), 2–9.
- Riyanto, B. (2013). Material Biokeramik Berbasis Hidroksiapatit Tulang Ikan Tuna. *JPHPI*, 16(2) : 119–13.
- Khoirudin, M. (2015). Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) Dari Kulit Kerang Darah (Anandara Granosa) Dengan Proses Hidrotermal. *Jom FTEKNIK*, 2(2) : 1–8.
- Hartanto.D, Purbaningtyas, Esti, Prasetyo.D, (2011). Karakterisasi Stuktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disentesis dengan Variasi Waktu Aging. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 22, No. 1, pp. 80-90
- Wopenka B dan Pasteris JD. (2005). A mineralogical perspective on the apatite in bone. *Journal of Materials Science and Engineering*. 25(2): 131-143.
- Zulkarnain J., Irhami, Ireka S. (2018) Pengaruh Temperatur Sintering dan Komposisi Air dalam Suspensi terhadap Ukuran Kristal Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Aceh. *J. Aceh Phys. Soc.*, Vol. 7, No. 3 pp.157-161.
- Pratama, Y., & Irfa'i, M. A. (2023). Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi. *JTM. VOLUME 11 NOMER 01 Tahun 2023*, 7-12.