

PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KEMURNIAN HIDROKSIAPATIT BERBASIS TULANG SAPI DENGAN METODE PRESIPITASI

Yoppy Pratama

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: yoppy.18065@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

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

Abstrak

$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ adalah rumus kimia dari hidroksiapatit yang merupakan biokeramik berlandas kalsium fosfat. Komposit hidroksiapatit dapat diperoleh dari material kalsium sintetik dan alami seperti pada tulang sapi. Untuk mendapatkan hidroksiapatit tulang sapi harus diberikan perlakuan kalsinasi atau pemanasan agar ion karbonat dapat dihilangkan sehingga tidak mengganggu proses sintesis. Pada penelitian ini hidroksiapatit mendapatkan perlakuan kalsinasi pada suhu 900°C dan 1000°C dengan lama waktu 5 dan 6 jam lalu dilakukan metode presipitasi untuk proses sintesis hidroksiapatit karena memiliki banyak keunggulan. Hasil sintesis kemudian akan dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) sehingga dapat diketahui fasanya dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk diuji penentuan morfologinya. Hasil dari penelitian ini menunjukkan nilai kemurnian tertinggi terdapat pada sampel serbuk tulang sapi yang mengalami perlakuan pemanasan pada suhu 900°C dengan lama waktu 6 jam sebesar 85.21% dan 1000°C selama 6 jam sebesar 85.84%, sedangkan nilai kemurnian terendah terdapat pada sampel serbuk tulang sapi yang mengalami proses pemanasan pada suhu 1000°C dengan lama waktu 5 jam sebesar 79.86%.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, Kalsinasi, Tulang Sapi, Metode Presipitasi.

Abstract

$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ is the chemical of hydroxyapatite which is a calcium phosphate-based bioceramic. Hydroxyapatite composites can be obtained from synthetic and natural calcium materials such as bovine bone. To obtain hydroxyapatite from beef bone, calcination or heating treatment must be given so that carbonate ions can be removed so as not to interfere with the synthesis process. In the research, hydroxyapatite received calcination treatment at temperature 900°C and 1000°C during 5 and 6 hours, then the precipitation method was carried out for the hydroxyapatite synthesis process because it has many advantages. The results of the synthesis will be characterized using *X-Ray Diffractometer* (XRD) so that the phase can be identified and *Scanning Electron Microscope* (SEM) to test its morphology. The result of this research indicate that the highest purity value is found in samples of beef bone powder that underwent a calcination process at temperature 900°C during 6 hours of 85.21% and 1000°C during 6 hours of 85.84%, while the lowest purity value was found in samples of beef bone powder which underwent a calcination process at 1000°C during of 79.86%.

Keywords: Hydroxyapatite, Calcination, Beef Bone, Precipitation Method.

PENDAHULUAN

Kerusakan tulang atau defect yang tidak dapat sembuh sendiri memerlukan intervensi pembedahan. Metode rekayasa jaringan tulang telah digunakan untuk menjadi metode pengganti sebagai cara untuk mengobati defect secara konvensional. Metode rekayasa jaringan tulang membutuhkan *sel scaffold* atau perancah tulang sebagai material utama untuk sel dapat bertumbuh sehingga dapat membentuk jaringan tulang. $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ adalah rumus kimia dari hidroksiapatit yang merupakan biokeramik berlandas kalsium fosfat yang bisa digunakan sebagai sel perancah. Hidroksiapatit yang juga sering dikenal sebagai calcium phosphate karena hidroksiapatit memiliki sifat biokompatibilitas, bioaktivitas serta osteokonduktif yang cukup baik (Kattimani, 2016). Hidroksiapatit yang umum digunakan masih harus diimport sehingga memiliki harga yang sangat tinggi (BPPT, 2018).

Komposit hidroksiapatit bisa didapatkan menggunakan sumber-sumber kalsium sintetik dan alami seperti tulang pada sapi, karena tulang pada sapi memiliki nilai mineral yang sangat baik. Kandungan yang terdapat pada tulang sapi adalah calcium phosphate (58,30%), calcium fluoride (1,96%), calcium carbonate (7,07%), dan magnesium phosphate (2,09%) (Perwitasari, 2008). Limbah tulang sapi dari hasil pemotongan setiap tahunnya menyebabkan pencemaran tanah, air, dan udara terus menumpuk (BPS, 2011).

Untuk mendapatkan hidroksiapatit dapat dilakukan sintesis menggunakan metode pengendapan basah atau presipitasi. Hidroksiapatit sintesis harus melewati proses kalsinasi, suhu dan waktu kalsinasi sangat berpengaruh terhadap kualitas hidroksiapatit sintesis, proses kalsinasi atau pemanasan pada hidroksiapatit juga harus dilakukan agar ion karbonat dapat dihilangkan, sehingga tidak mengganggu proses sintesis (Savitri dan Bella, 2016). Beberapa peneliti telah melakukan kalsinasi pada suhu

diatas 850°C dan waktu lebih dari 5 Jam dan pori-pori pada hidroksiapatit semakin kecil dan butiran yang berbentuk bulat sempurna sehingga hidroksiapatit dapat homogen seiring dengan bertambahnya suhu kalsinasi (Ketut dan Asmi, 2014).

Hasil sintesis kemudian kemudian akan dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* sehingga dapat diketahui fasanya dan *Scanning Electron Microscope (SEM)* untuk diuji penentuan morfologinya.

METODE

• Alat dan Bahan

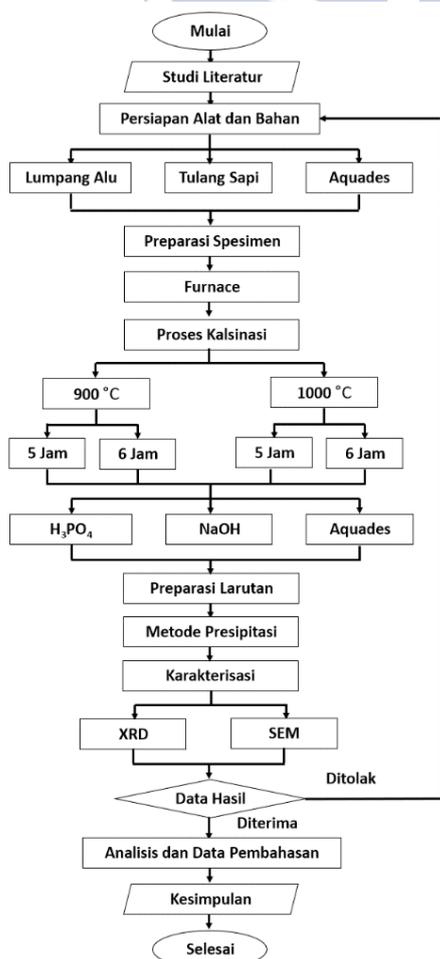
• Alat

Alat yang diperlukan dalam *research* adalah *furnace*, *X-Ray Diffractometer*, *Scanning Electron Microscope*, Digital Thermometer, Timbangan Digital, Pipet Tetes, Gelas Ukur, *Magnetic Stirrer*, Mortar, Lumpang Alu, pH Meter, Ayakan, dan Kertas Saring.

• Bahan

Bahan yang diperlukan dalam *research* ini adalah Tulang Sapi, H_3PO_4 , Air Aquades, dan NaOH.

• Langkah Penelitian



Gambar 1. Flowchart Penelitian

• Preparasi Spesimen

Preparasi diawali Persiapan diawali dengan pembersihan bahan baku utama tulang sapi. Tulang sapi dicuci bersih dengan air biasa sebelum nantinya akan melewati proses perebusan sebagai langkah penghilang lemak dan daging sisa yang masih menempel. Perebusan dilakukan selama 6 jam dengan suhu 90-95°C.

Setelah proses perebusan, tulang sapi kembali dibersihkan dengan air biasa, lalu tulang sapi dipotong kecil kecil dengan ukuran 2-3cm. Tulang sapi yang telah dipotong kecil kecil kemudian dilakukan penjemuran dibawah sinar matahari. Penjemuran berlangsung selama 7 hari hingga tulang sapi benar benar kering. Tulang sapi yang sudah benar benar kering lalu dijadikan tepung menggunakan lumpang hingga halus dan dilakukan pemisahan dengan saringan 100 mesh.

• Tahap Kalsinasi

Tepung tulang sapi dilakukan kalsinasi pada *furnace* atau tungku listrik dengan suhu 900°C dan 1000°C dengan lama waktu 5 dan 6 jam hingga menjadi CaO. Tulang sapi yang telah dilakukan proses pemanasan kemudian dilakukan proses penyaringan kembali untuk nantinya akan ditimbang ulang setelah proses kalsinasi.

• Preparasi Larutan

Larutan yang akan digunakan adalah arutan asam fosfat H_3PO_4 0.6 M, larutan kalsium hidroksida $Ca(OH)_2$ 1 M, dan larutan natrium hidroksida NaOH 1 M. Larutan yang akan dibentuk adalah kalsium hidroksida dengan mencampurkan CaO (tepung dari tulang sapi) sebanyak 14,8 gram dan ditambahkan aquades hingga volumenya 200 ml. Untuk larutan asam fosfat (H_3PO_4) 0.6 M dilakukan pengenceran H_3PO_4 85% sebanyak 8,1 ml dan ditambahkan aquades hingga volumenya 200 ml. Larutan NaOH yang digunakan ialah NaOH cair dengan molaritas 1 M (Suryadi, 2011).

• Tahap Sintesis Hidroksiapatit

Proses sintesis Hidroksiapatit dari CaO tepung tulang sapi dan larutan H_3PO_4 . Larutan $Ca(OH)_2$ dicampur dengan larutan asam fosfat (H_3PO_4) dengan laju penambahannya permenit sebanyak 5ml, proses penggabungan dilakukan hingga larutan H_3PO_4 selesai. Selama proses penggabungan, campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan putaran 300 setiap menitnya. Setelah proses penggabungan selesai, larutan dipanaskan pada

Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi

suhu 90°C dengan lama waktu 1 jam, pada proses ini potensial hydrogen larutan diatur hingga mendapatkan nilai 11 menggunakan larutan (NaOH). Setelah proses selesai, campuran kemudian masuk ke proses penuaan (aging) dengan cara didinginkan selama semalaman penuh (Al Haris, 2016).

Endapan yang dihasilkan dari proses penuaan (aging) kemudian disaring. Endapan hasil saringan kemudian dilakukan pengeringan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 5 jam dan diulangi sampai beratnya tidak berubah (konstan) (Al Haris, 2016).

• Karakterisasi Hidroksiapatit

Untuk mengetahui komposisi, kemurnian dan struktur hidroksiapatit sintesis mendapatkan perlakuan karakterisasi dengan XRD serta menggunakan SEM mengetahui bentuk dari morfologi permukaan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

• Preparasi dan Kalsinasi Tulang Sapi

Persiapan diawali dengan pembersihan bahan baku utama tulang sapi. Tulang sapi dicuci bersih dengan air biasa sebelum nantinya akan melewati proses perebusan sebagai langkah penghilang lemak dan daging sisa yang masih menempel. Perebusan dilakukan selama 6 jam dengan suhu 90-95°C.



Gambar 2. Perebusan Tulang

Setelah proses perebusan, tulang sapi kembali dibersihkan dengan air biasa, lalu tulang sapi dipotong kecil kecil dengan ukuran 2-3cm. Setelah tulang sapi berbentuk kecil kembali dibilas dengan air aquades dan kemudian dijemur. Tulang sapi yang telah dipotong kecil kecil kemudian dilakukan penjemuran dibawah sinar matahari. Penjemuran berlangsung selama 7 hari hingga tulang sapi benar benar kering.



Gambar 3. Penjemuran Tulang

Tulang sapi yang sudah dikeringkan lalu ditumbuk menggunakan lumpang hingga menjadi tepung dan disaring dengan saringan 100 mesh. Adapun Tepung tulang sapi halus diletakkan dalam kotak penyimpanan.



Gambar 4. Tepung Tulang Sapi

Tepung tulang sapi dilakukan kalsinasi pada furnace atau tungku listrik dengan suhu 900°C dan 1000°C dengan lama waktu 5 dan 6 jam hingga menjadi CaO. Tepung yang sudah mendapatkan proses pemanasan lalu disaring dengan ayakan untuk nantinya akan ditimbang ulang setelah proses kalsinasi.

• Proses Sintesis

Hidroksiapatit didapatkan dari CaO (tulang sapi) dan larutan H₃PO₄. Larutan Ca(OH)₂ dicampur dengan larutan asam fosfat (H₃PO₄) dengan laju penambahannya sebesar 5 ml tiap mentinya, proses penggabungan dilakukan hingga larutan H₃PO₄ habis. Selama penggabungan, larutan diputar menggunakan magnetic stirrer dengan putaran 300 rpm. Setelah proses penggabungan selesai, suspensi dipanaskan pada suhu 90°C dengan lama waktu 1 jam, pada proses ini potensial hydrogen larutan diatur hingga mencapai nilai 11 dengan larutan (NaOH). Setelah proses selesai, campuran kemudian masuk ke proses penuaan (aging) dengan cara didinginkan dengan suhu kamar selama 24 jam.



Gambar 5. Proses Pengendapan

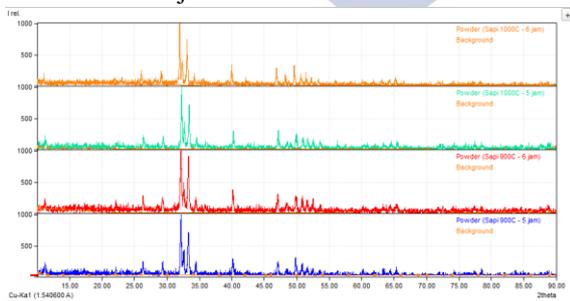
Endapan yang dihasilkan dari proses penuaan (aging) kemudian disaring. Endapan hasil saringan kemudian dilakukan pengeringan dengan oven pada suhu 120°C dengan lama waktu 5 jam dan diulangi sampai berat tidak berubah (konstan).



Gambar 6. Proses Penyaringan

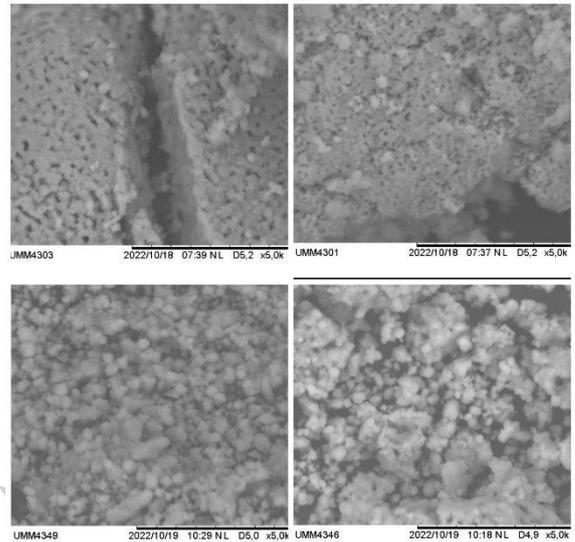
• **Karakterisasi Hidroksiapatit**

Pengujian XRD dilakukan terhadap target *Copper* (CU) dengan tegangan 30 kV pada 30.0 mA dan dilakukan pada sudut 2 theta dalam rentang *scanning* 10.00-90.00 derajat.



Gambar 7. Hasil Uji XRD

Pengujian SEM dilakukan dengan perbesaran sebesar 5000kali untuk mengetahui bagaimana bentuk butiran-butiran partikel serbuk hidroksiapatit yang telah melalui proses kalsinasi dan juga proses sintesis.



Gambar 8. Hasil Uji SEM

• **Hasil**

Senyawa anorganik yang menjadi tujuan utama research kali ini adalah hidroksiapatit yang dibentuk dari kalsium karbonat (CaCO₃) dan merupakan salah satu kandungan tulang sapi. Kalsinasi yang didapatkan tulang sapi mengonversikan CaCO₃ menjadi CaO lalu menguraikan karbon dioksida (CO₂).



Pada sintesis larutan awal CaO dicampurkan dengan aquades, dengan reaksi CaO dan H₂O, aquades akan mereaksikan kalsium hidroksida jika dicampur frngan kalsium oksida.



Tahap berikutnya sintesis dilakukan metode pengendapan basah dengan penambahan asam fosfat H₃PO₄ terhadap larutan CaO, agar sintesis hidroksiapatit dapat berhasil diperlukan kontrol pH, ketepatan putaran pencampuran dan pengontrolan laju alir penambahan H₃PO₄.



Untuk hasil rendemen CaO yang digunakan pada sintesis sebanyak 14,8 gram, setelah dilakukan pemanasan ulang pada suhu 120°C dengan lama waktu 3 Jam, diperoleh hidroksiapatit seberat 12gram sehingga untuk hasil rendemen didapatkan hasil sebesar 81,08%.

Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi



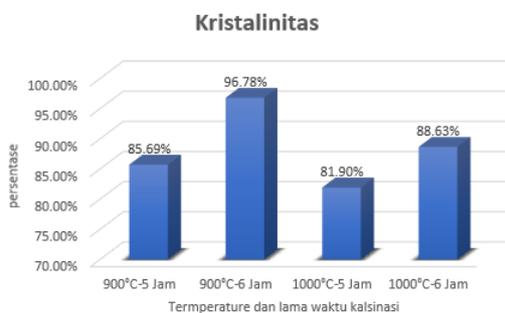
Gambar 9. Hidroksiapatit Sintesis Tulang Sapi

Hasil penelitian dan analisis pada sampel serbuk tulang sapi dapat disimpulkan seperti tabel dibawah ini:

Tabel 1. Hasil Analisis Sampel XRD

Kandungan	Suhu dan Lama Waktu Kalsinasi			
	900°C (5Jam)	900°C (6Jam)	1000°C (5Jam)	1000°C (6Jam)
Crystallinity (%)	85.69%	96.78%	81.90%	88.63%
Diameter (nm)	33.02	30.98	34.59	32.81
Kemurnian (%)	83.43%	85.21%	79.86%	85.84%

Dari hasil penlitian sampel yang dilakukan uji dengan spektrum XRD (*X-Ray Diffraction*) dan analisis didapatkan bahwa kristalinitas sampel serbuk tulang sapi mendapatkan nilai yang lebih tinggi saat mendapatkan perlakuan kalsinasi lebih lama pada suhu yang sama, sehingga didapatkan bahwa tingkat kristalinitas terbesar terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi 900°C selama 6 Jam sebesar 96.78% dan tingkat kristalinitas terkecil terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi 1000°C selama 5 Jam sebesar 81.90%.

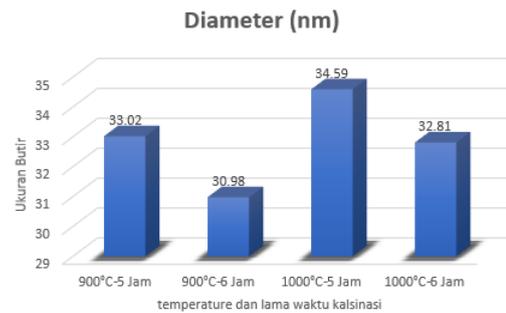


Gambar 10. Grafik Kristalinitas

Dari grafik diatas dapat didapatkan bahwa serbuk tulang sapi yang mengalami proses pemanasan pada suhu 900°C dengan lama waktu 6 jam memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi sehingga bisa disimpulkan sampel mendekati kekuatan mekanik pada tulang manusia alami.

Dari hasil penlitian sampel yang dilakukan uji dengan spektrum XRD (*X-Ray Diffraction*) juga dapat dilakukan

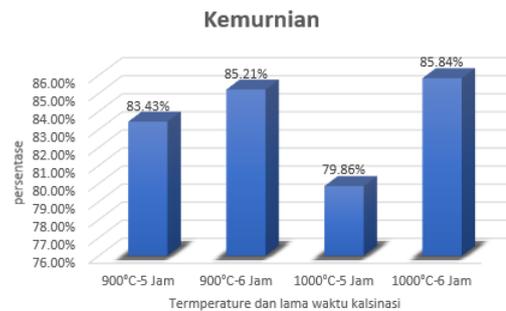
analisis ukuran butir atau diameter (nm) sampel serbuk tulang sapi.



Gambar 11. Grafik Diameter

Dari grafik diatas dapat diketahui bahwa ukuran butir sampel serbuk tulang sapi akan mengecil seiring dengan lama waktu kalsinasi pada suhu yang sama. Sehingga didapatkan bahwa ukuran butir terbesar terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi 1000°C selama 5 Jam sebesar 34.59 nm dan ukuran butir terkecil terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi 900°C selama 6 Jam sebesar 30.98 nm.

Dari hasil penelitian dan analisis juga didapatkan tingkat kemurnian sampel serbuk tulang sapi akan selalu lebih baik saat mendapatkan perlakuan kalsinasi lebih lama pada suhu yang sama.



Gambar 12. Grafik Kemurnian

Kemurnian menjadi point utama dalam melakukan sintesis pada serbuk tulang sapi, semakin murni hidroksiapatit sintetis yang dihasilkan dan sesuai dengan database JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) menandakan bahwa hidroksiapatit sintetis mempunyai kualitas yang baik.

Dari grafik diatas dapat didapatkan bahwa serbuk tulang sapi yang mengalami kalsinasi pada suhu 900°C dengan lama waktu 6 jam dan 1000°C dengan lama waktu 6 jam memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sebesar 85.21% dan 85.84%, Sedangkan serbuk tulang sapi yang mengalami kalsinasi pada suhu 900°C dengan lama waktu 5 jam dan 1000°C dengan lama waktu 5 jam memiliki tingkat kemurnian yang rendah sebesar 83.43% dan 79.86%.

Dari Tabel diatas juga dapat disimpulkan bahwa hidroksiapatit terbaik terdapat pada spesimen dengan

kalsinasi pada suhu 900°C selama 6 jam, karena tingkat kristalinitas dengan nilai 96.78% sehingga mendekati sifat mekanik pada tulang manusia, dan memiliki ukuran butir sebesar 30.98nm serta memiliki kemurnian sebesar 85.21% sesuai dengan database JCPDS (*Joint Committee on Power Diffraction Standards*).

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dari pengujian yang telah dilakukan dan evaluasi data serta pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan dapat dikatakan bahwa semakin lama waktu kalsinasi dengan suhu yang sama, kemurnian yang didapatkan pada hidroksiapatit sintetis juga akan meningkat. Pada kalsinasi suhu 900°C partikel berbentuk granular mendekati bola dan memiliki struktur berpori yang berpola, sedangkan serbuk yang mendapatkan kalsinasi pada suhu 1000°C partikel berbentuk iregular dan memiliki struktur berpori yang didapatkan jauh lebih lebar.

Saran

Untuk bisa menghasilkan hidroksiapatit sintetis yang lebih baik, untuk penulis memberikan saran pada penelitian yang lebih lanjut. Berikut saran yang perlu diperhatikan:

- Untuk menghindari terdapat banyak noise pada hasil uji XRD (*X-Ray Diffraction*) sehingga masih banyak fasa yang tidak dibutuhkan untuk mencapai hidroksiapatit masih tersisa, sebaiknya perlakuan kalsinasi bisa pada suhu terendah 1000°C atau bisa dilakukan kalsinasi dimulai pada suhu 900°C selama 6 jam.
- Untuk mendapatkan tingkat kemurnian yang tinggi pada hidroksiapatit, proses kalsinasi lebih difokuskan terhadap lama waktu kalsinasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Kattimani, Kondaka, and Lingamaneni. (2016). *“Hydroxyapatite Past, Present, And Future In Bone Regeneration”*. Bone and Tissue Regeneration Insights Journal. 11(7): 612-179.
- Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi. (2018). *“Technology Sector Material Bioceramic Hydroxyapatite”*. <http://pusyantek.bppt.go.id/en/pages/technology-sector/material/bioceramichydroxyapatite>. (Diakses 17 Desember 2021).
- Perwitasari. (2008). *“Hidrolisis Tulang Sapi Menggunakan HCl untuk Pembuatan gelatin, Pengolahan Sumber Daya Alam dan Energi Terbarukan”*. Surabaya.
- BPS. (2011). *“Jumlah Ternak yang Dipotong di Rumah Potong Hewan dan di Luar Rumah Potong Hewan yang Dilaporkan (Ekor) 2000–2012”*. http://www.bps.go.id/tab_sub/view.php?kat=3&tabel

=1 &daf%09tar=1&id_subyek=2 4¬ab=13. (Diakses 20 Desember 2021).

- Savitri, Bela Devina, Cahyaningrum dan Sari Edi. (2016). *“Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Bebek (Anas Plathyrnchos) Menggunakan Metode Pengendapan Basah”*. Skripsi. Universitas Negeri Surabaya.
- Ketut dan Asmi. (2014). *“Sintesis dan Karakterisasi Biokeramik Hidroksiapatit Bahan Tulang Sapi pada Suhu 800-1100°C”*. Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika. Universitas Lampung.
- Suryadi. (2011). *“Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah”*. Tesis. Depok: UI
- Al Haris. (2016). *“Sintesis Hidroksiapatit dari limbah tulang sapi menggunakan metode presipitasi dengan variasi rasio Ca/P dan konsentrasi H₃PO₄”*. JOM FT Teknik, Volume 3 No.2. Universitas Riau