

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

**Aditya Islamillennio**

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya  
Email: aditya.18044@mhs.unesa.ac.id

**Mochamad Arif Irfa'i**

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

### Abstrak

Hidroksiapatit merupakan material biokeramik berbasis kalsium fosfat dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  yang digunakan sebagai *sel scaffold*. Pada penelitian kali ini menggunakan metode pengendapan basah dan sumber kalsium yang akan digunakan adalah tulang ayam. Hidroksiapatit sintetis harus melalui proses kalsinasi, dimana suhu dan waktu kalsinasi sangat berpengaruh terhadap kualitas hidroksiapatit sintesis. Pada penelitian ini hidroksiapatit dilakukan proses kalsinasi pada suhu 800°C dan 1000°C selama 5 dan 6 jam. 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 ayam yang mengalami proses kalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam sebesar 81.68% sedangkan nilai kemurnian terendah terdapat pada sampel serbuk tulang ayam yang mengalami proses kalsinasi pada suhu 800°C selama 5 jam sebesar 79.74%.

**Kata Kunci:** Hidroksiapatit, Kalsinasi, Presipitasi, Tulang Ayam.

### Abstract

*Hydroxyapatite is a calcium phosphate-based bioceramic material with the chemical formula  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  used as a scaffold cell. In this study, the wet deposition method was used and the calcium source to be used was chicken bones. Synthetic hydroxyapatite must go through a calcination process, where the temperature and time of calcination greatly affect the quality of the synthetic hydroxyapatite. In this study, the hydroxyapatite calcination process was carried out at 800°C and 1000°C for 5 and 6 hours. The results of the synthesis will then be characterized using an X-Ray Diffractometer (XRD) so that the phase can be identified and a Scanning Electron Microscope (SEM) to be tested for morphological determination. The results of this study showed that the highest purity value was found in samples of chicken bone powder which underwent a calcination process at 1000°C for 6 hours of 81.68%, while the lowest purity value was found in samples of chicken bone powder which underwent a calcination process at 800°C for 5 hours by 79.74%.*

**Keywords:** Hydroxyapatite, Calcination, Precipitation Method, Chicken Bone

### PENDAHULUAN

Penyembuhan kerusakan pada tulang dapat dilakukan dengan metode alternatif *bone tissue engineering* (rekayasa jaringan tulang). Rekayasa jaringan tulang telah banyak dikembangkan untuk mengatasi permasalahan *defect* tulang yakni dengan merestorasi dan mempertahankan fungsi alami jaringan tulang. Rekayasa jaringan tulang ini dilakukan dengan cara mengimplankan *scaffold* tulang ke bagian tulang yang mengalami defek massa

Hidroksiapatit adalah biokeramik yang sangat bermanfaat dan banyak digunakan secara luas pada bidang medis dan nonmedis. Hidroksiapatit merupakan suatu bentuk mineral kalsium apatit yang mengandung unsur kalsium dan fosfat dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  sangat mirip dengan senyawa anorganik (Zuqni, 2016). Komposit Hidroksiapatit bisa didapatkan menggunakan sumber-sumber kalsium sintetik dan alami. Sumber kalsium alami yang sering dipakai diantaranya batu kapur, cangkang kepiting,

tulang sapi, tulang ayam, dan tulang ikan (Afifah & Cahyaningrum, 2020). Pada penelitian kali ini, sumber kalsium yang akan digunakan dalam proses sintesis hidroksiapatit adalah tulang ayam. Konsumsi masyarakat akan daging ayam seiring dengan banyaknya restoran atau rumah makan yang menyediakan makanan siap saji dengan bahan utamanya adalah ayam terus meningkat.

Pada penelitian kali ini menggunakan metode pengendapan basah karena dapat menghasilkan hidroksiapatit dengan tingkat kemurnian yang cukup tinggi (Suryadi 2011). Untuk mendapatkan hidroksiapatit sintetis dibutuhkan proses kalsinasi. Proses kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan ion karbonat yang dapat mengganggu proses sintesis pada hidroksiapatit sintetis (Bella, 2016). Suhu dan waktu kalsinasi merupakan faktor yang mempengaruhi hidroksiapatit sintetis.

Tulang ayam yang telah dikalsinasi selanjutnya akan dilakukan karakterisasi dengan metode XRD dan SEM. Metode XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material, sedangkan metode SEM

digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi pada penelitian ini agar mendapatkan hasil yang maksimal.

## METODE

### • Alat dan Bahan

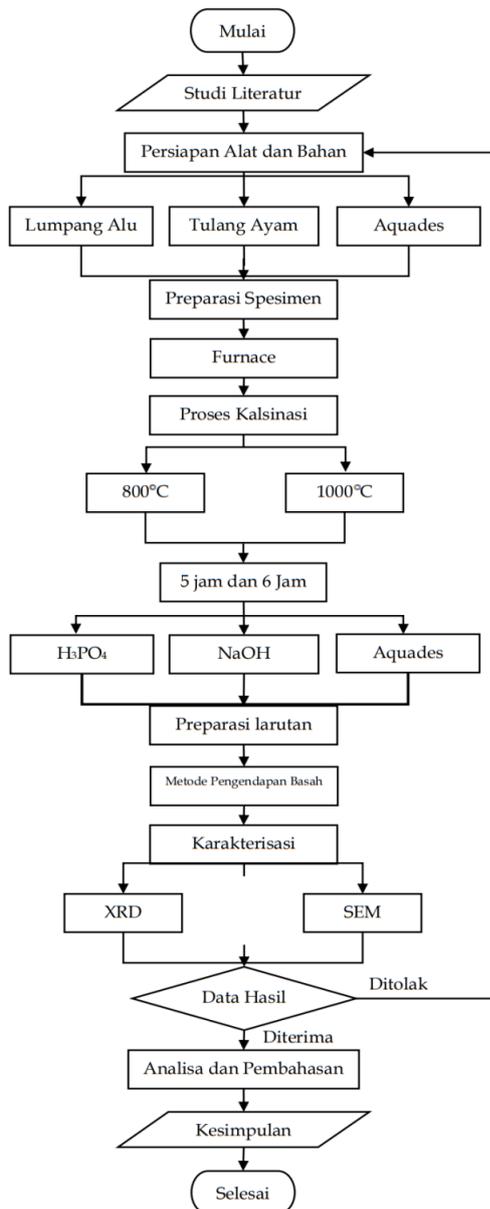
#### • Alat

Alat yang digunakan pada penelitian adalah *Furnace*, Mortar, Timbangan Digital, Saringan Tepung, Gelas Ukur, *Magnetic Stirrer*, Kertas Saring, *X-Ray Diffractometer*, *Scanning Electron Microscope*.

#### • Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Tulang Ayam, Air Aquades, NaOH, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

### • Langkah Penelitian



Gambar 1. Flowchart Penelitian

### • Persiapan Spesimen

Persiapan spesimen dilakukan dengan beberapa langkah diantaranya pemecahan tulang ayam, pembersihan awal tulang ayam, perebusan tulang ayam, dengan suhu mencapai 100°C, pembersihan akhir tulang ayam, penjemuran tulang ayam dengan bantuan sinar matahari selama 10 hari, penghalusan tulang ayam, menggunakan mortar kemudian disaring menggunakan saringan 100 mesh, dan terakhir penyimpanan tulang ayam agar tidak terkontaminasi dengan udara.

### • Tahap Kalsinasi

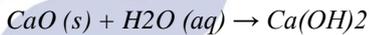
Tepung tulang ayam dilakukan kalsinasi dengan cara dimasukkan pada mesin *furnace* dengan suhu 800°C dan 1000°C dengan waktu tahan masing-masing selama 5 dan 6 jam hingga menjadi CaO.



Tulang ayam yang telah melalui proses kalsinasi kemudian diayak dengan saringan 100 mesh dan kemudian dilakukan penimbangan ulang.

### • Preparasi Larutan

Larutan yang akan dibuat adalah larutan kalsium hidroksida Ca(OH)<sub>2</sub> sebesar 1 M, larutan natrium hidroksida NaOH sebesar 1 M dan larutan asam fosfat H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sebesar 0,6 M. Larutan kalsium hidroksida dibuat dengan cara melarutkan CaO (tepung tulang ayam) sebanyak 14,8 gr dengan 200 ml aquades.



Untuk larutan asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) sebesar 0,6 M dibuat dengan cara pengenceran H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 85% sebanyak 8,1 ml dengan 200 ml aquades. Larutan NaOH yang digunakan berasal dari NaOH cair dengan molaritas 1 M.

### • Tahap Sintesis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit disintesis dari kalsium oksida (CaO) tulang ayam dengan larutan asam fosfat didapatkan larutan kalsium hidroksida Ca(OH)<sub>2</sub>. Larutan Ca(OH)<sub>2</sub> dicampur dengan larutan asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) dengan laju penambahannya 5 ml/menit, proses pencampuran dilakukan hingga larutan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> habis.



Setelah proses pencampuran selesai, suspensi dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam, Selama pencampuran, suspensi diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 300 rpm. Setelah selesai, kemudian campuran masuk ke proses penuaan (*aging*) dengan cara didinginkan dengan suhu kamar selama 24 jam.

Endapan yang dihasilkan dari proses tersebut kemudian disaring menggunakan kertas saring *whatman* no.42. Setelah disaring, Endapan hasil saringan kemudian dikeringkan menggunakan dengan suhu 110°C selama 2 jam menggunakan oven.

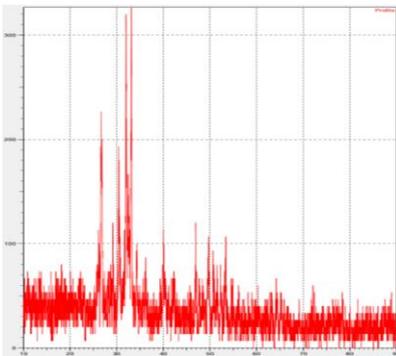
### • Karakterisasi Hidroksiapatit

Untuk dapat diketahui kristalinitas, diameter, kemurnian dan struktur pada serbuk hidroksiapatit sintesis dilakukan pengujian menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Kemudian untuk mengetahui morfologi permukaan dilakukan pengujian menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

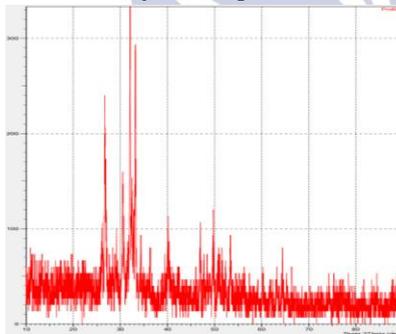
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### • Hasil Pengujian

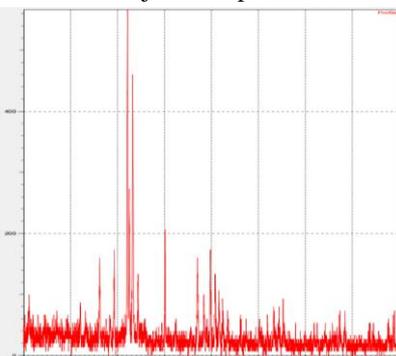
Pengujian XRD dilakukan pada sudut 2 theta dengan tegangan 30 kV pada 30.0 mA terhadap target *Copper* (CU) dalam rentang scanning 10.00-90.00 derajat.



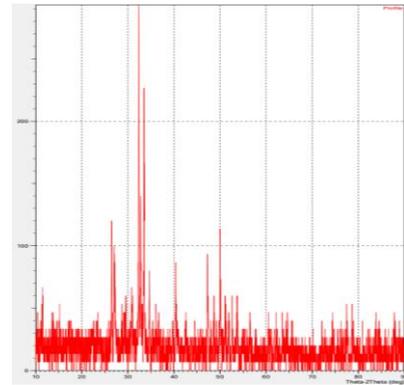
**Gambar 2.** Hasil Uji XRD spesimen 800°C-5 Jam



**Gambar 3.** Hasil Uji XRD spesimen 800°C-6 Jam

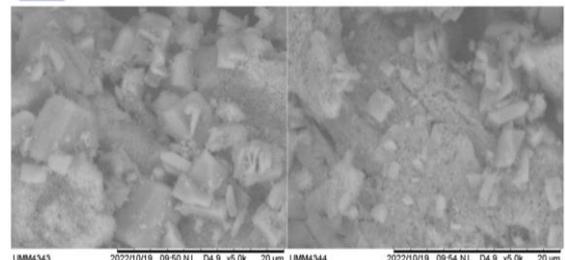


**Gambar 4.** Hasil Uji XRD spesimen 1000°C-5 Jam

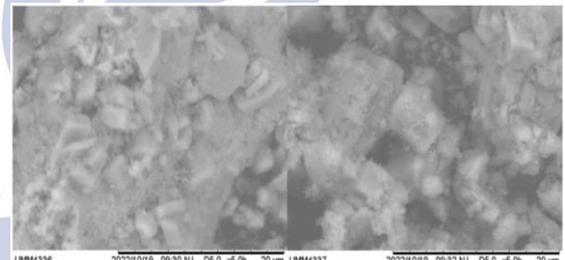


**Gambar 5.** Hasil Uji XRD spesimen 1000°C-6 Jam

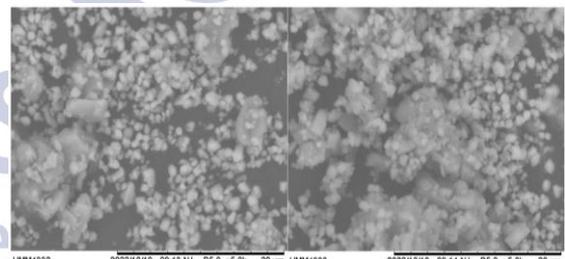
Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk butiran partikel serbuk hidroksiapatit dengan perbesaran 5000 kali.



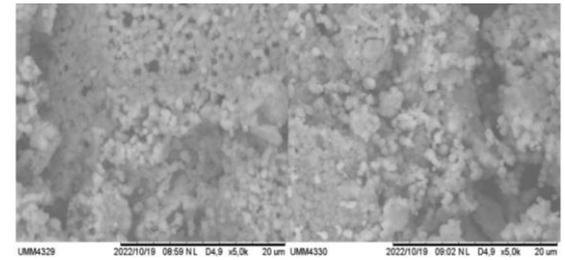
**Gambar 6.** Hasil Uji SEM spesimen 800°C-5 Jam



**Gambar 7.** Hasil Uji SEM spesimen 800°C-6 Jam



**Gambar 8.** Hasil Uji SEM spesimen 1000°C-5 Jam



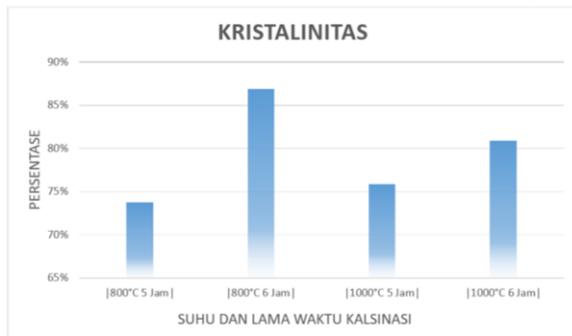
**Gambar 9.** Hasil Uji SEM spesimen 1000°C-6 Jam

Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 6 dapat diamati bahwa morfologi permukaan sampel yang dihasilkan berbentuk bongkahan dengan geometri persegi yang memiliki sudut dan memiliki jarak yang rapat antar

partikel. Bentuk partikel yang sama juga terjadi seperti sampel Pada Gambar 7, hanya saja pada gambar 7 jarak antar partikel tidak rapat.

Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 8 dapat diamati bahwa morfologi permukaan sampel yang dihasilkan berbentuk butiran granular seperti bola yang berjarak antar partikel. Hasil pengujian SEM pada gambar 8 menunjukkan adanya partikel yang terang dan kurang terang. Hal ini disebabkan oleh perbedaan posisi dimana butiran yang lebih terang berada pada posisi yang lebih tinggi daripada butiran yang kurang terang (Fathia, 2018). Bentuk partikel yang sama juga terjadi seperti sampel Pada Gambar 9, hanya saja pada gambar 9 jarak antar partikel terlihat sangat rapat.

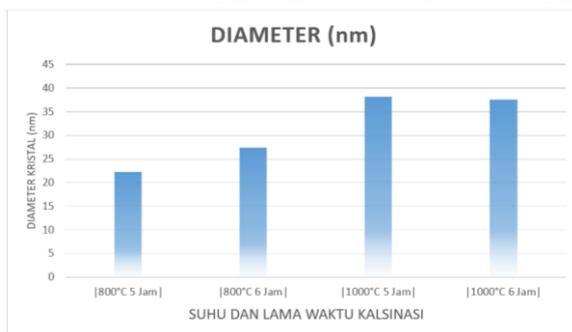
#### • Hasil Analisa



**Gambar 10.** Grafik Kristalinitas

Dapat dilihat pada grafik diatas, pada suhu 800°C didapatkan angka kristalinitas yang lebih tinggi pada waktu tahan 6 jam dibandingkan dengan waktu tahan 5 jam, begitupun pada suhu 1000°C didapatkan angka kristalinitas yang lebih tinggi pada waktu tahan 6 jam dibandingkan dengan waktu tahan 5 jam.

Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa tingkat kristalinitas tertinggi terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu 800°C dengan waktu tahan 6 jam sebesar 86.90%. Sedangkan tingkat kristalinitas terendah terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu 800°C dengan waktu tahan 5 jam sebesar 73.77%.

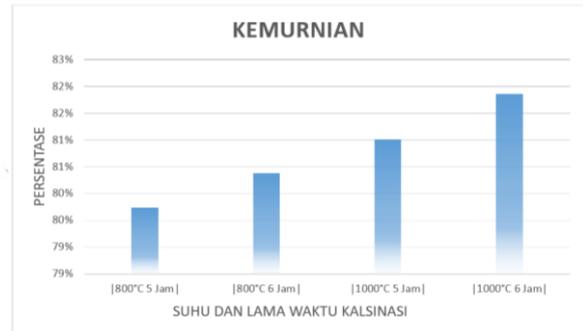


**Gambar 11.** Grafik Diameter

Berbeda halnya dengan kristalinitas, dapat dilihat pada grafik diameter diatas bahwa pada suhu kalsinasi 1000°C tidak terjadi kenaikan dengan waktu tahan yang lebih lama. Pada suhu 1000°C dengan waktu

tahan 5 jam didapatkan diameter sebesar 38.20 nm, sedangkan pada suhu 1000°C dengan waktu tahan 6 jam didapatkan hasil yang lebih kecil yaitu 37.60 nm.

Dari hasil analisis dan penelitian pengujian spektrum XRD (*X-Ray Diffraction*) dapat dikatakan bahwa hasil diameter terbesar pada suhu 1000°C dengan waktu tahan 5 Jam yaitu 38.20 nm, sedangkan diameter butir terkecil terdapat pada suhu 800°C dengan waktu tahan 5 jam yaitu 22.26 nm.



**Gambar 11.** Grafik Kemurnian

Seperti hasil pada kristalinitas, kemurnian serbuk tulang ayam mendapatkan nilai yang lebih tinggi saat mendapatkan perlakuan kalsinasi lebih lama pada suhu yang sama. Dapat dilihat pada grafik diatas, pada suhu 800°C didapatkan angka kemurnian yang lebih tinggi pada waktu tahan 6 jam dibandingkan dengan waktu tahan 5 jam, begitupun pada suhu 1000°C didapatkan angka kemurnian yang lebih tinggi pada waktu tahan 6 jam dibandingkan dengan waktu tahan 5 jam.

Dengan data grafik diatas dapat dikatakan bahwa tingkat kemurnian tertinggi terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu 1000°C dengan waktu tahan 6 jam sebesar 81.86%. Sedangkan tingkat kristalinitas terendah terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu 800°C dengan waktu tahan 5 jam sebesar 79.74%.

Hasil analisa penelitian pada sampel serbuk hidroksiapatit berbasis tulang ayam dapat disimpulkan seperti pada tabel di bawah ini:

**Tabel 1.** Hasil Analisis Sampel XRD

Kandungan	Suhu dan Lama Waktu Kalsinasi			
	800°C (5Jam)	800°C (6Jam)	1000°C (5Jam)	1000°C (6Jam)
Kristalinitas (%)	73.77%	86.90%	75.88%	80.88%
Diameter (nm)	22.26 nm	27.43 nm	38.20 nm	37.60 nm
Kemurnian (%)	79.74%	80.38%	81.01%	81.86%

Dari keempat hasil sampel diatas dapat disimpulkan bahwa sampel yang memiliki hasil paling

optimum adalah sampel hidroksiapatit tulang ayam pada suhu 800°C dengan waktu tahan 6 jam dikarenakan memiliki kristalinitas 86.90%, diameter 27.43 nm, dan kemurnian 80.38%. Kesimpulan tersebut didapatkan karena sampel memiliki kristalinitas 86.90%, artinya sampel hidroksiapatit tersebut memiliki sifat mekanik yang lebih baik dikarenakan semakin tinggi kristalinitas maka sifat mekaniknya semakin mendekati tulang manusia baik itu dari kekukatan tarik, kekuatan tekan, dan keuletannya.

Selain itu sampel mempunyai diameter 27.43 nm, artinya sampel memiliki densitas yang lebih baik dibandingkan dengan sampel yang memiliki diameter diatasnya. Hasil kemurnian yang didapatkan pada sampel 800°C 6 jam jika dibandingkan dengan sampel 1000°C 6 jam memiliki hasil yang tidak berbeda jauh.

## PENUTUP

### Simpulan

Tingkat kemurnian hidroksiapatit tulang ayam pada suhu yang sama akan semakin meningkat seiring dengan lama waktu tahan kalsinasinya. Tingkat kemurnian tertinggi terdapat pada hidroksiapatit sintetis tulang ayam yang mengalami kalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam sebesar 81.86%. sedangkan tingkat kemurnian terendah terdapat pada hidroksiapatit sintetis tulang ayam yang mengalami kalsinasi pada suhu 800°C selama 5 jam sebesar 79.74%. Ukuran diameter butir pada serbuk tulang ayam terbesar terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu 1000°C dengan waktu tahan selama 5 Jam sebesar 38.20 nm, dan ukuran diameter butir pada serbuk tulang ayam terkecil terdapat pada sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu 800°C dengan waktu tahan selama 5 Jam sebesar 22.26 nm.

### Saran

Untuk penelitian selanjutnya, agar dapat menghasilkan kristalinitas serta kemurnian yang tinggi secara bersamaan pada hidroksiapatit sintetis tulang ayam, pada saat kalsinasi bisa dilakukan dengan suhu antara 800°C sampai 900°C dengan rentan lama waktu tahan diatas 6 jam. Harap diperhatikan dari langkah awal ketika sedang mempersiapkan spesimen, pastikan tidak terkontaminasi dari bahan lain yang tidak diperlukan untuk menghindari terdapat banyaknya *noise* yang menyebabkan banyaknya fasa yang masih tersisa pada hasil uji XRD (*X-Ray Diffraction*) sehingga menyebabkan kurang tingginya tingkat kemurnian.

## DAFTAR PUSTAKA

Al Haris, Ahmad F, SR Yenti. Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi menggunakan Metode Presipitasi dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Universitas Riau: Pekanbaru.

- Ary Andini. 2012. Potensi Kolagen Kulit Ikan Lele Sangkuriang (*Clarias Gariepinus* Var) Sebagai Scaffold Kolagen-Hidroksiapatit Pada Bone Tissue Engineering. Universitas Airlangga: Surabaya.
- Azka Fathia. 2018. Sintesis dan karakterisasi grapheme oxide terkombinasi nanopartikel perak dalam fase cair. Universitas Negeri Yogyakarta: Jogja.
- DF Kurniawan. 2019. Analisa *Scanning Electron Microscopy* (Sem) Pada Penyambungan Plat (Al-Al) (Cu-Al) (Cu-Cuzn) Menggunakan Metode Friction Stir Welding Single Side. Universitas Muhamaddiyah Surakarta: Surakarta.
- Ellyza H, Dewi P. 2018. Tinjauan Peran Dan Sifat Material Yang Digunakan Sebagai Scaffold Dalam Rekayasa Jaringan. Universitas Indonesia: Depok.
- Emi Kurnia. 2019. Sintesis Dan Karakterisasi Carbon-Dots Berbasis Minyak Zaitun Berbahan Dasar Limbah Tulang Ayam. Universitas Negeri Yogyakarta: Jogja.
- Hb Ardhiyanto. 2015. Peran Hidroksiapatit Sebagai Material Bone Graft Dalam Menstimulasi Kepadatan Kolagen Tipe L Pada Proses Penyembuhan Tulang. Universitas Negeri Jember: Jember.
- Hendri Poernomo. 2019. Teknik Bone Tissue Engineering (Bte) Untuk Regenerasi Jaringan Periodontal Dan Estetik Pada Edentulous Ridge. Universitas Mahasaraswati Denpasar: Denpasar.
- JA Ranamanggala, Dewinta I, Yossy A, Sari Edi. 2020. Potensi Hidroksiapatit Dari Tulang Ayam Sebagai Implant Gigi Pelapis Implan Gigi. Universitas Negeri Surabaya: Surabaya.
- Joko S, Alva E. 2008. Proses Sintesis Dan Karakterisasi Ftir Hidroksiapatit Dari Gypsum Alam Kulon Progo. Universitas Gajah Mada: Yogyakarta.
- Meilianti. 2017. Isolasi Kalsium Oksida (CaO) Pada Cangkang Sotong (Cuttlefish) Dengan Proses Kalsinasi Menggunakan Asam Nitrat Dalam Pembuatan Precipitated Calcium Carbonat (Pcc). Politeknik Negeri Sriwijaya: Palembang.
- MS Haruda, Ahmad F, SR Yenti. Pengaruh Ph Dan Waktu Reaksi Pada Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi. Universitas Riau, Pekanbaru: Pekanbaru.
- Mutmainnah. 2016. Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning (*Thunnus Albacores*) Dengan Metode Presipitasi. Universitas Islam Negeri Alaudin Makassar: Makassar.
- Novika S, Ahmad F, Irdoni. 2015. Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Dengan Metode Presipitasi. Universitas Riau: Pekanbaru.
- Rini P, Nelly W, L. Destiarti. 2014. Peran Hidroksiapatit Sebagai Material Bone Graft Dalam Menstimulasi Kepadatan Kolagen Tipe L Pada Proses Penyembuhan Tulang. Universitas Tanjungpura: Pontianak.
- Sumari, Yana F.P, Muhammad R.A, Dinar R.B. 2020. Analisis Kandungan Mineral Pasir Pantai Bajul Mati Kabupaten Malang Menggunakan Xrf Dan Xrd. Universitas Negeri Malang: Malang.

- Suryadi. 2011. Sintesis Dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit Dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Universitas Indonesia: Depok.
- Wopenka B dan Pasteris JD. (2005). "A mineralogical perspective on the apatite in bone". *Journal of Materials Science and Engineering*. 25(2): 131-143.
- Xinchen Wu, Kierra W, Brianna L.H, Gulden C. 2020. *Mineralization Of Biomaterials For Bone Tissue Engineering*. University Of Massachusetts Lowell: Lowell.
- Zacharias K.A. 2021. *Pemakaian Biomaterial Kitosan, Kolagen, Gelatin, Dan Hidroksiapatit Sebagai Scaffold Dalam Rekayasa Jaringan Tulang*. Universitas Airlangga: Surabaya.
- Zuqni Meldha. 2016. *Pembuatan Hidroksiapatit Dari Tulang Ayam Berporogen Pati Biji Durian Dengan Metode Presipitasi*. Universitas Sumatera Utara: Medan

