

PENGARUH NATRIUM HIDROKSIDA PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI TULANG SAPI DENGAN METODE HIDROTERMAL UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL

Adam Fajar Setiawan

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: adamfajar.19010@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Hidroksiapatit (HA) merupakan bentuk dari mineral kalsium apatit yang mengandung unsur kalsium dan fosfat dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. hidroksiapatit bisa didapatkan dari sumber kalsium sintetik dan alami seperti tulang sapi. Sintesis hidroksiapatit melalui proses kalsinasi dengan temperatur 1000°C selama 6 jam. Penambahan NaOH digunakan sebagai pengatur pH proses hidrotermal sintesis hidroksiapatit. Pada penelitian ini dilakukan variasi pH 8,5, 9,5, 10,5, dan 11,5. sintesis hidroksiapatit menggunakan metode hidrotermal karena dapat menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi, dan distribusi partikel yang homogen. Hasil sintesis kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) sehingga diketahui fasanya dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui bentuk morfologinya. Penelitian ini menghasilkan nilai kemurnian tertinggi pada sampel hidroksiapatit penambahan NaOH mencapai pH 9,5 sebesar 89,29% dan nilai kemurnian terendah pada pH 11,5 sebesar 88,09%, sedangkan nilai kristalinitas tertinggi hidroksiapatit penambahan NaOH mencapai pH 11,5 sebesar 76,64% dan nilai kristalinitas terendah pada pH 8,5 sebesar 73,63%. Pada penelitian ini menghasilkan bentuk morfologi bulat bola seiring dengan meningkatnya variasi pH. Bentuk bulat terbaik didapatkan pada pH 11,5. Dan kerapatan antar partikel terbaik pada pH 8,5.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, Kalsinasi, Tulang Sapi, Natrium Hidroksida, Metode Hidrotermal.

Abstract

Hydroxyapatite (HA) is a form of the mineral calcium apatite which contains the elements calcium and phosphate with the chemical formula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hydroxyapatite can be obtained from synthetic and natural sources of calcium such as cow bones. Hydroxyapatite was synthesized through a calcination process at 1000°C for 6 hours. The addition of NaOH is used as a pH regulator for the hydrothermal process of hydroxyapatite synthesis. In this study, variations in pH were carried out at 8.5, 9.5, 10.5 and 11.5. Hydroxyapatite synthesis uses the hydrothermal method because it can produce particles with high crystallinity, high purity, and homogeneous particle distribution. The results of the synthesis were then characterized using an X-Ray Diffractometer (XRD) so that the phases were known and a Scanning Electron Microscope (SEM) to determine the morphological form. This research resulted in the highest purity value in the hydroxyapatite sample with the addition of NaOH reaching a pH of 9.5 of 89.29% and the lowest purity value at pH 11.5 of 88.09%, while the highest crystallinity value of hydroxyapatite with the addition of NaOH reached a pH of 11.5 of 76.64% and the lowest crystallinity value at pH 8.5 of 73.63%. In this study it produced a spherical morphological shape along with increasing pH variations. The best spherical shape is obtained at pH 11.5. And the best inter-particle density at pH 8.5.

Keywords: Hydroxyapatite, Calcination, Ox Bone, Sodium Hydroxide, Hydrothermal Method.

PENDAHULUAN

Pada era globalisasi seperti ini, kita menyadari untuk mencari penemuan dan hasil yang terbaik. Hasil produksi dan pemanfaatan bahan atau limbah di lingkungan ini bisa dijadikan penemuan yang bermanfaat dengan melakukan pemanfaatan limbah secara maksimal. Dengan teknologi yang semakin maju terutama pada bidang kesehatan, rekayasa jaringan, dan genetik telah membuka pengetahuan baru dalam berbagai macam kondisi, mengingat bahwa bahan komposit adalah alternatif dari bahan sintetik. Biomaterial merupakan bahan sintetik yang dapat disatukan ke dalam tubuh manusia sebagai pengganti fungsi organ atau jaringan hidup. Menurut (Noviyanti dkk, 2017) pada saat ini kebutuhan biomaterial sudah sangatlah tinggi serta telah memberikan dampak yang besar dalam bidang kesehatan, terutama dalam bidang kedokteran ortopedi, misalnya untuk perbaikan tulang, seperti pada tulang retak ataupun tulang patah.

Bahan atau material yang digunakan pada pengobatan tersebut harus memiliki sifat tidak beracun, bioaktif, dan biokompatibel. Sehingga dapat diartikan bahwasanya biomaterial terdapat kandungan senyawa yang dimiliki pada tubuh tumbuhan maupun hewan dan dapat menyatu serta bisa diterima oleh tubuh manusia.

Biomaterial memiliki beragam jenis dan salah satu jenis dari biomaterial adalah hidroksiapatit. Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan mineral utama yang dimiliki dalam tulang dan gigi. Untuk memperoleh unsur hidroksiapatit dapat dilakukan sintesis hidroksiapatit, dalam sintesis hidroksiapatit dapat menggunakan bahan kimia murni, bahan alam yang memiliki kandungan kalsium alami seperti batu kapur, tulang ayam, cangkang kerang, kulit telur, maupun tulang sapi. Pengaplikasian utama dari biomaterial hidroksiapatit ini adalah sebagai keramik biokompatibel yang dapat menyatu langsung pada organ ataupun jaringan tulang dan sebagai pelapis pada implan ke dalam tubuh manusia

(Harahap & Helwani, 2015). Penelitian ini menggunakan bahan yang memiliki sumber kalsium alami, dan yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah tulang sapi. Tulang sapi mempunyai kandungan yang kaya akan mineral, kandungan yang terdapat dalam tulang sapi adalah *calcium phoshate* (58,30%), *calcium flowide* (1,96%), *calcium carbonat* (7,07%), dan *magnesium phosphate* (2,09%) (Yuliana dkk, 2017).

Pada tahun 2011, BPS mencatat untuk pemanfaatan sapi mengalami peningkatan pada tahun 2008 sampai 2011, sebanyak 1.1519.178 ekor sapi dipotong pertahun, sehingga menyebabkan peningkatan pencemaran tanah, air, dan udara akibat banyaknya limbah tulang sapi disetiap tahunnya (BPS, 2011). Dalam proses memperoleh sintesis hidroksiapatit diperlukan proses kalsinasi. Kalsinasi adalah perlakuan panas yang dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan senyawa karbon dioksida dan air (Meilianti, 2017). Dalam proses kalsinasi ini tepung tulang sapi yang sudah dihaluskan berukuran 100 mesh dilakukan kalsinasi menggunakan tungku listrik atau *furnace* pada temperatur 1000°C dengan lama waktu 6 jam hingga menjadi CaO (Pratama & Irfa'i, 2023). Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan karakteristik fisika (komposisi, kemurnian, dan struktur) menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) sehingga dapat diketahui fasanya dan dengan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) diuji penentuan morfologinya (Suryadi, 2011).

Dalam melakukan proses sintesis hidroksiapatit bisa menggunakan beragam metode, diantaranya adalah metode pengendapan basah, sol gel, solid state, dan hidrotermal (Ardabilly dan Trias, 2013). Metode sintesis hidroksiapatit hidrotermal diartikan sebagai metode pembentukan kristal di dalam air panas yang memiliki tekanan tinggi dimana titik didih air serta pencapaian tekanan dari situasi uap dari air (Manafi, 2009). Menurut penelitian (Fernandes dkk., 2000) sintesis hidrotermal dilakukan pada temperatur 150°C dalam waktu 2 jam di dalam sebuah oven listrik. Dari data hasil karakterisasi, menguatkan fakta bahwa temperatur optimal sintesis hidroksiapatit dengan kualitas kristal tertinggi didapatkan pada temperatur 150°C (Elhadad, 2021). Metode hidrotermal memiliki beberapa kelebihan diantaranya ialah tahapan sederhana, dapat dilakukan pada temperatur yang rendah, dan murah (Hien dkk, 2010).

Penambahan NaOH digunakan sebagai pengatur pH pada preparasi larutan dalam proses hidrotermal untuk sintesis hidroksiapatit. Natrium hidroksida merupakan basa kuat yang mampu menaikkan pH, meningkatkan alkalinitas campuran, tidak beraroma dan harga yang relatif murah (Kurt & Bittner, 2006). Pengaturan pH pada proses hidrotermal dapat mempengaruhi hasil kemurnian, crystalinity, dan yield pada sintesis hidroksiapatit. Menurut penelitian (Haruda & Fadli, 2016) pada variasi pH 5, 7, 9, 11, dan 13 didapatkan hidroksiapatit sintesis terbaik pada pH 11 dengan menghasilkan kemurnian 99,7%, kristalinitas 98,33%, dan yield sebesar 95,37%. Sedangkan sedangkan hasil terburuk didapat pada variasi pH 5 dengan menghasilkan kemurnian 97,5%, kristalinitas 96,00%, dan yield sebesar 75,79%. Hidroksiapatit sintesis pada waktu reaksi 100 menit memiliki tingkat kemurnian dan kristalinitas tinggi dengan menghasilkan tingkat

kemurnian dan kristalinitas sebesar 99,8% dan 92,82%. Sedangkan hasil pada waktu reaksi 20 menit menghasilkan tingkat kemurnian dan kristalinitas sebesar 92,9% dan 84,99%.

Senyawa hidroksiapatit disintesis menggunakan metode hidrotermal dapat menghasilkan partikel dengan kemurnian tinggi, kristalinitas tinggi, dan memberikan hasil distribusi partikel yang homogen (Agustinus, 2009). Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini akan membahas tentang pengaruh penambahan natrium hidroksida pada proses sintesis hidroksiapatit yang berasal dari tulang sapi dengan menggunakan metode hidrotermal untuk aplikasi biomaterial. Proses hidrotermal akan dilakukan pada variasi pH 8.5, 9.5, 10.5, dan 11.5.

METODE

Jenis Penelitian

Pada penelitian kali ini menggunakan jenis penelitian eksperimen, yaitu sebuah metode untuk mengetahui hubungan antara sebab dan akibat dari beberapa variabel yang saling berpengaruh. Pada eksperimen ini, peneliti memvariasikan variabel pH menggunakan NaOH dengan metode hidrotermal sintesis hidroksiapatit. Hal ini dilakukan untuk mengetahui mengenai pengaruh penambahan NaOH menggunakan metode hidrotermal dengan variasi pH terhadap tingkat kemurnian, presentase kristalin, dan morfologi dari sintesis hidroksiapatit yang di dapatkan.

Tempat dan Waktu Penelitian

- Tempat Penelitian

Proses kalsinasi dilaksanak di laboratorium pelapisan UNESA, preparasi larutan dan proses hidrotermal dilakukan di laboratorium terpadu UNESA, pengujian XRD dilakukan di laboratorium metalurgi ITS, dan untuk pengujian SEM dilakukan di laboratorium SEM Teknik Mesin ITS.

- Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan maret sampai juni 2023.

Variabel Penelitian

- Variabel Bebas

Pada penelitian ini yang menjadi variabel bebas adalah pH 8.5, 9.5, 10.5, dan 11.5 pada sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi.

- Variabel Terikat

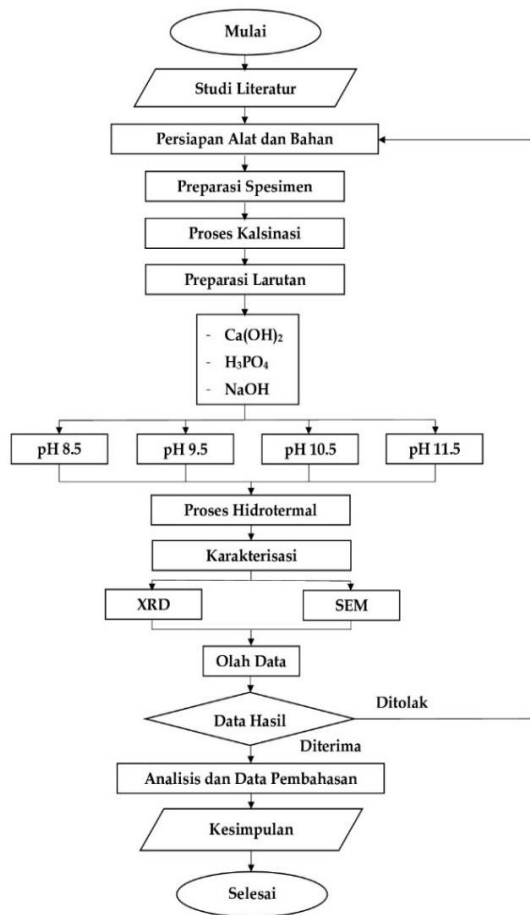
- Kemurnian hidroksiapatit.
- Kristalinitas hidroksiapatit.
- Morfologi hidroksiapatit.

- Variabel Kontrol

- Ukuran serbuk tulang sapi adalah 100 mesh.
- Proses kalsinasi menggunakan temperatur 1000°C dengan waktu 6 jam.
- Lama waktu pada proses hidrotermal adalah 2 jam.

- Temperatur yang digunakan pada proses hidrotermal adalah 150°C.

Langkah Penelitian



Gambar 1. Rancangan Eksperimen



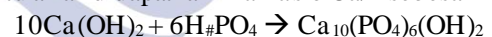
Gambar 1. Proses Kalsinasi

• Preparasi Larutan

Larutan yang akan dibuat adalah larutan kalsium hidroksida Ca(OH)_2 1 M, larutan asam fosfat H_3PO_4 0,6 M dan larutan natrium hidroksida NaOH 1 M. Larutan kalsium hidroksida dibuat dengan melarutkan CaO (tulang sapi) sebanyak 7,4 gr dan ditambahkan aquades hingga volumenya 100 ml. Untuk larutan asam fosfat (H_3PO_4) 0,6 M dilakukan pengenceran H_3PO_4 85% sebanyak 4,05 ml dan ditambahkan aquades hingga volumenya 100 ml. Larutan NaOH yang digunakan ialah NaOH cair dengan molaritas 1 M. (Suryadi, 2011).



Untuk mendapatkan kekuatan maksimal dari sintesis hidroksiapatit rasio dari Ca/P perlu diperhatikan. Nilai kekuatan hidroksiapatit akan naik hingga rasio Ca/P mencapai nilai 1,67 dan akan turun saat nilai rasio Ca/P lebih atau kurang dari 1,67 (Suryadi, 2011). Oleh karena itu perkursor untuk kalsium yang digunakan adalah Ca(OH)_2 1 M, dan perkursor untuk fosfat digunakan H_3PO_4 0,6 M. Dengan begitu akan didapatkan nilai rasio Ca/P sebesar 1,67.



• Preparasi Spesimen

- Pembersihan bahan baku utama tulang sapi.
- Tulang sapi direbus selama 12 jam dengan api sedang.
- Dilakukan penjemuran tulang sapi dibawah sinar matahari hingga tulang sapi benar-benar kering.
- Tulang sapi dipecah menjadi bagian kecil-kecil.
- Dilakukan penggilingan tulang sapi menggunakan penggiling tipe *disk mill* sampai menjadi tepung.
- Tepung tulang sapi dihaluskan lagi menggunakan lumpang alu dan blender.
- Dilakukan pengayakan dengan saringan berukuran 100 mesh.

• Tahap Kalsinasi

Serbuk tulang sapi dilakukan proses kalsinasi menggunakan tungku listrik atau *furnace* pada temperatur 1000°C selama 6 jam hingga menjadi CaO .

• Proses Hidrotermal

Proses sintesis dilakukan dalam reaktor hidrotermal *autoclave* menggunakan temperatur 150°C dengan waktu 2 jam pada oven (Fernandes dkk, 2000).

Hidroksiapatit disintesis dari CaO (tulang sapi) dan larutan asam fosfat. Selanjutnya kedua larutan dicampurkan, Larutan Ca(OH)_2 dicampur dengan larutan asam fosfat (H_3PO_4). Sebelum sintesis dimulai, pH larutan diatur menjadi 8,5, 9,5, 10,5, dan 11,5 menggunakan larutan NaOH 1 M (Suryadi, 2011).

Tahap akhir pada sintesis ini adalah penyaringan hidroksiapatit. Kemudian hasil penyaringan dilakukan proses pengeringan dalam oven menggunakan temperatur 110°C. Selanjutnya akan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD, dan SEM (Elhadad, 2021).

- Karakterisasi Hidroksiapatit

Serbuk hidroksiapatit sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui komposisi, kemurnian, kristanilitas dan struktur serta menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) mengetahui morfologi permukaan dan pengaruh dari konsentrasi larutan.

Instrumen, Alat, dan Bahan

- Instrumen penelitian ini antara lain, sebagai berikut:
 - *X-Ray Diffraction* (XRD)
 - *Scanning Electron Microscope* (SEM)
- Alat yang digunakan antara lain, sebagai berikut:
 - *Furnace*
 - Timbangan Digital
 - pH Meter Digital
 - Mortar
 - Gelas Ukur
 - Pipet Tetes
 - Lumpang Alu
 - Ayakan
 - Blender
 - Kuas
 - Mesin Penggiling Tipe *Disk Mill*
 - Reactor Hidrotermal *Autoclave*
 - Kertas Saring
- Bahan yang digunakan antara lain, sebagai berikut:
 - Tulang Sapi
 - H_3PO_4
 - Air Aquades
 - NaOH

Teknik Pengambilan Data

Pengambilan data dilakukan setelah sintesis hidroksiapatit agar dapat memberikan informasi mengenai data yang diinginkan untuk mencapai tujuan dari penelitian dengan melakukan karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Data hasil pengujian dicatat dan diolah dalam bentuk tabel. Untuk hasil karakterisasi SEM, data yang dihasilkan akan berbentuk foto pada morfologi pada perbesaran 5000x.

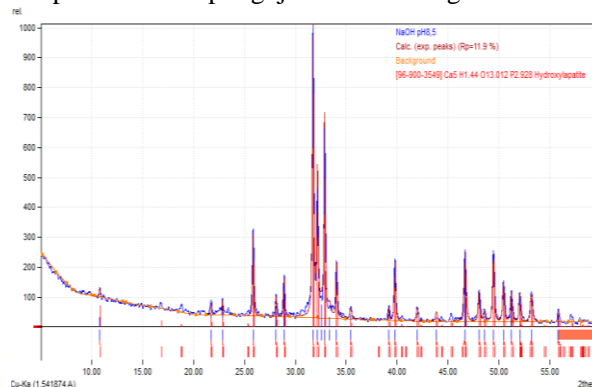
Teknik Analisis Data

Pada penelitian kali ini teknik analisa data yang digunakan adalah dengan menggunakan metode analisis data kualitatif deskriptif. Pengambilan data dilakukan dengan alat yang kemudian hasil pengujian akan diolah menggunakan *software* origin dan match. Data yang didapat akan dimasukkan ke dalam tabel, kemudian disajikan dalam bentuk grafik agar lebih mudah dipahami. Hal ini dilaksanakan untuk memberi informasi mengenai pengaruh penambahan NaOH menggunakan metode hidrotermal dengan variasi pH terhadap tingkat kemurnian, presentase kristalin, dan morfologi dari sintesis hidroksiapatit yang di dapatkan.

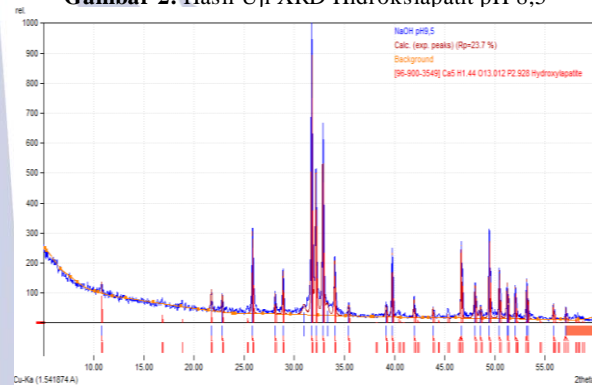
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dan Analisis Pembahasan Data Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*)

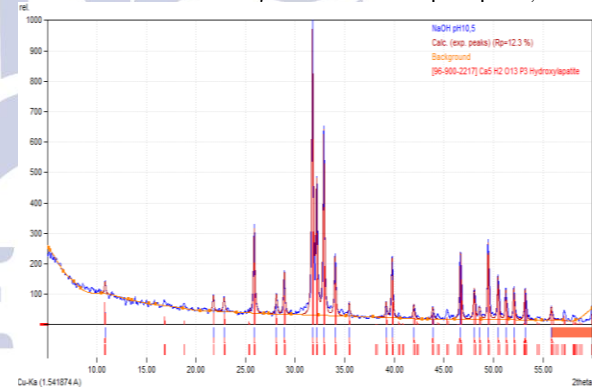
Didapatkan Hasil pengujian XRD sebagai berikut :



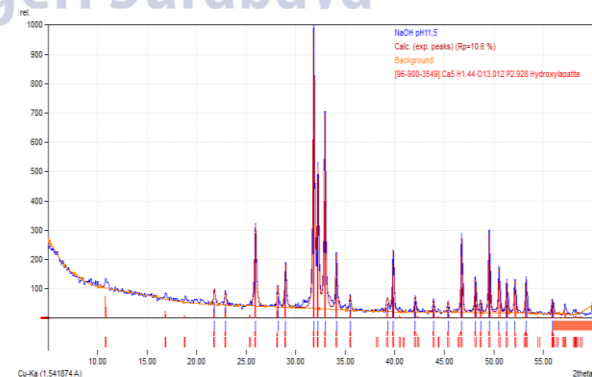
Gambar 2. Hasil Uji XRD Hidroksiapatit pH 8,5



Gambar 3. Hasil Uji XRD Hidroksiapatit pH 9,5



Gambar 4. Hasil Uji XRD Hidroksiapatit pH 10,5



Gambar 5. Hasil Uji XRD Hidroksiapatit pH 11,5

Pada uji sampel serbuk hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan spektrum XRD dengan sudut 2 theta yang digunakan adalah antara sudut 10°-60°. Pada gambar 2 data hasil pengujian XRD spesimen pada pH 8,5 puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 11,07°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,96°. Pada gambar 3 data hasil pengujian XRD spesimen pada pH 9,5 puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,82°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,77°. Pada gambar 4 data hasil pengujian XRD spesimen pada pH 10,5 puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,87°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,79°. Pada gambar 5 data hasil pengujian XRD spesimen pada pH 11,5 puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,85°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,84°.

- 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*.

- Kristalinitas

Persentase kristalinitas akan mempengaruhi sifat mekanis dari hidroksiapatit yang didapat. Semakin tinggi persentase kristalinitas maka sifat mekanis yang didapat akan semakin baik.

Untuk mendapatkan nilai kristalinitas dapat dilakukan dengan analisis data hasil pengujian XRD menggunakan *software origin*. Untuk mendapatkan nilai persentase kristalinitas dapat menggunakan rumus berikut:

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

Untuk hasil perhitungan tingkat kristalinitas dari spesimen hidroksiapatit penambahan natrium hidroksida mencapai pH 8.5, 9.5, 10.5, dan 11.5 adalah sebagai berikut :

- Spesimen Hidroksiapatit dengan penambahan NaOH mencapai pH 8,5

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

$$kristalinitas = \frac{1752,058}{2379,36} \times 100\%$$

$$kristalinitas = 73,63\%$$

- Spesimen Hidroksiapatit dengan penambahan NaOH mencapai pH 9,5

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

$$kristalinitas = \frac{1810,744}{2379,519} \times 100\%$$

$$kristalinitas = 76,09\%$$

- Spesimen Hidroksiapatit dengan penambahan NaOH mencapai pH 10,5

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

$$kristalinitas = \frac{1899,913}{2549,684} \times 100\%$$

$$kristalinitas = 74,51\%$$

- Spesimen Hidroksiapatit dengan penambahan NaOH mencapai pH 11,5

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

$$kristalinitas = \frac{1825,01}{2381,25} \times 100\%$$

$$kristalinitas = 76,64\%$$

Berikut dibawah ini adalah tabel hasil pengujian XRD yang menunjukkan tingkat kemurnian dan kristalinitas sintesis hidroksiapatit.

Tabel 1. Hasil Uji XRD

Kandungan	Variasi pH penambahan NaOH			
	8.5	9.5	10.5	11.5
Kemurnian	88,82%	89,29%	89,00%	88,09%
Kristalinitas	73,63%	76,09%	74,51%	76,64%

Dari hasil data uji XRD (*X-Ray Diffraction*) yang telah dianalisis pada tabel diatas dapat kita amati nilai kemurnian akan meningkat seiring bertambahnya pengaturan pH nilai kemurnian hidroksiapatit yang didapat semakin naik dan kemudian turun kembali pada pengaturan pH 10,5 dan turun lagi pada pH 11,5. Nilai kemurnian hidroksiapatit yang didapatkan pada pH 8,5 lebih besar dibandingkan dengan sampel hidroksiapatit pada pH 11,5.



Gambar 6. Grafik Kemurnian Hidroksiapatit

Sedangkan pada nilai kristalinitas sampel hidroksiapatit mengalami kenaikan nilai kristalinitas pada pengaturan pH 9,5 dan 11,5. Pada pengaturan pH 11,5

memiliki nilai kristalinitas terbesar dan pada pH 8,5 menghasilkan nilai kristalinitas terkecil.



Gambar 7. Grafik Kristalinitas Hidroksiapatit

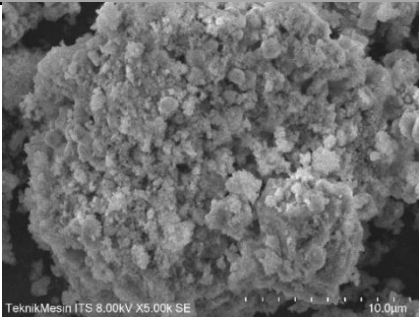
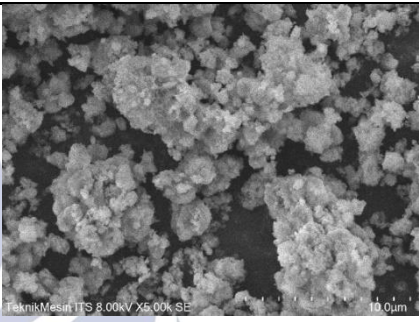
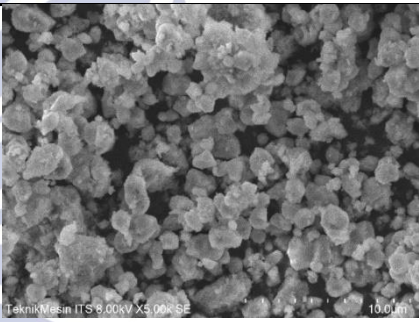
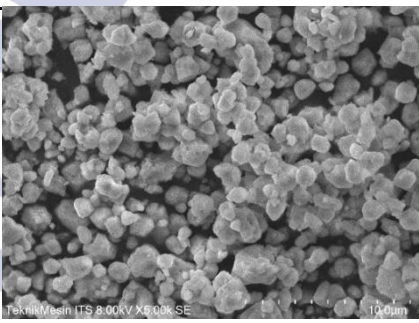
Pada penelitian yang dilakukan Haruda & Fadli (2016) dengan judul "Pengaruh pH dan waktu reaksi pada sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode presipitasi basah" dalam penelitian ini peneliti melakukan variasi pH 5, 7, 9, 11, dan 13 menggunakan amonium hidroksida (NH_4OH) sebagai pengatur pH dan metode yang digunakan adalah metode pengendapan basah untuk didapatkan hidroksiapatit sintesis. Hasilnya didapatkan hidroksiapatit sintesis terbaik pada pH 11 dengan menghasilkan kemurnian 99,7%, dan nilai kristalinitas sebesar 98,33%. Sedangkan hasil terendah didapat pada variasi pH 5 dengan menghasilkan kemurnian 97,5%, dan kristalinitas sebesar 96,00%.

Pada penelitian kali ini mendapatkan nilai kemurnian tertinggi pada variasi pH 9,5 dengan nilai kemurnian sebesar 89,29%. dan untuk nilai kristalinitas tertinggi didapatkan pada variasi pH 11,5 dengan nilai kristalinitas sebesar 76,64%. Penelitian kali ini menghasilkan nilai kemurnian dan kristalinitas yang menurun dibandingkan penelitian sebelumnya. Penurunan nilai kemurnian sebesar 10,41% dan penurunan nilai kristalinitas sebesar 21,69%. Sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut agar diperoleh hidroksiapatit dengan hasil optimal terutama diantara larutan pengatur pH yang digunakan dan metode sintesis hidroksiapatit yang dilakukan.

Hasil dan Analisis Pembahasan Data Pengujian SEM (Scanning Electron Microscope)

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

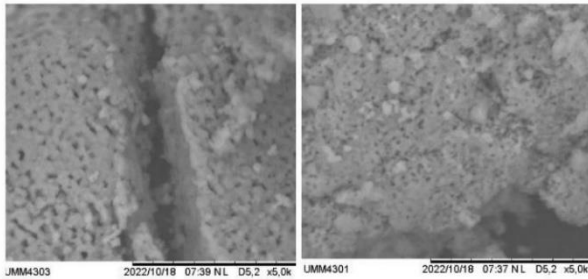
Tabel 2. Hasil Uji SEM

Spesimen	Gambar Morfologi
pH 8.5	
pH 9.5	
pH 10.5	
pH 11.5	

Dari analisis hasil uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) dapat kita amati bentuk morfologi pada tabel di atas. Terlihat pada sampel hidroksiapatit dengan variasi pH 8,5 memiliki bentuk morfologi berbentuk butiran granular seperti bola dengan jarak antar partikel rapat. Pada sampel hidroksiapatit dengan variasi pH 9,5 memiliki bentuk morfologi berbentuk butiran granular seperti bola dengan jarak antar partikel berjauhan. Pada sampel hidroksiapatit dengan variasi pH 10,5 memiliki bentuk morfologi berbentuk butiran granular dengan bentuk bulat bola dan jarak antar partikel tidak begitu jauh, dan bentuk morfologi tersebut juga terjadi pada gambar

dengan sampel hidroksiapatit variasi pH 11,5 yang memiliki butiran lebih halus dengan bentuk butiran yang lebih bulat. Dapat disimpulkan bahwa bentuk morfologi dari spesimen tersebut semakin berbentuk bulat bola seiring dengan bertambahnya variasi pH yang dilakukan.

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.



Gambar 7. Morfologi Penelitian Sebelumnya

Bentuk morfologi hidroksiapatit akan memiliki bentuk yang lebih halus dan jarak antar partikel yang lebih rapat seiring dengan tingginya nilai kemurnian dan kristalinitas hidroksiapatit tersebut. Bentuk morfologi bulat bulat halus dengan jarak antar partikel yang lebih rapat adalah bentuk morfologi dengan tingkat kemurnian dan kristalinitas yang tinggi.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan pada hasil penelitian pengaruh penambahan natrium hidroksida pada sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode hidrotermal. Maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

- Penambahan natrium hidroksida pada proses hidrotermal memiliki pengaruh terhadap tingkat kemurnian dan kristalinitas hidroksiapatit yang didapat. Spesimen hidroksiapatit pada pH 9,5 memiliki tingkat kemurnian tertinggi sebesar 89,29%. Dengan tingkat kristalinitas tertinggi tercapai pada pH 11,5 sebesar 76,64%. Dapat dikatakan terdapat titik puncak diantara pH tersebut, dimana setelah tercapai pH tertentu nilai kemurnian dan kristalinitas akan mulai menurun.
- Penambahan natrium hidroksida pada proses hidrotermal juga berpengaruh terhadap bentuk morfologi hidroksiapatit yang didapat. Pada penelitian kali ini didapatkan bentuk morfologi bulat bola seiring dengan meningkatnya variasi pH. Bentuk bulat terbaik didapatkan pada pH 11,5. Dan kerapatan antar partikel terbaik pada pH 8,5.

Saran

Penelitian kali ini masih belum sempurna untuk dapat menghasilkan sintesis hidroksiapatit yang baik. Berdasarkan hal tersebut peneliti menuliskan saran untuk dilakukan penelitian lebih lanjut sebagai berikut:

- Dari hasil data yang diperoleh pada sampel hidroksiapatit dengan variasi pH 8,5 sampai 11,5 terjadi kenaikan dan penurunan tingkat kemurnian. Oleh karena itu butuh penelitian lebih lanjut di rentang waktu tersebut untuk mendapatkan nilai terbaik.
- Untuk mempercepat proses pengaturan pH, dapat menggunakan larutan NaOH yang lebih tinggi molaritasnya.
- Untuk mendapatkan hasil yang baik saat melakukan pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*). Perlu diperhatikan saat preparasi spesimen pastikan sampel tidak terkontaminasi dari bahan lain yang nantinya akan menyebabkan banyaknya fasa yang masih tersisa

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis memberikan ucapan terima kasih kepada Priyo Heru Adiwibowo, S.T., M.T. selaku Koordinator Program Studi S1 Teknik Mesin, Mochamad Arif Irfa'i, S.Pd., M.T. selaku pembimbing skripsi, Bellina Yunitasari, S.Si., M.Si. dan Novi Sukma Drastiawati, S.T., M.Eng. selaku penguji skripsi. Kedua orang tua yang selalu mendukung dan mendoakan. Serta teman-teman dekat yang memberikan semangat dan dukungan.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustinus, E. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas dan Kualitas Kristal*. Puslit Geoteknologi Komplek LIPI : Bandung.
- Elhadad, A.M. (2021). Pengaruh suhu hidrotermal dalam sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dengan memanfaatkan potensi udang papai (*Acetes erythraeus*) sebagai sumber kalsium. *Skripsi*, 66.
- Fernandes, G. F., C., e M., & Laranjeira, M. (2000). *Calcium Phosphate Biomaterials From Marine Algae. Hydrothermal Synthesis And Characterisation*. 23(4), 441–446.
- Harahap, A. W., & Helwani, Z. (2015). *Sintesis Hidroksiapatit melalui Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah dengan Metode Hidrotermal pada Variasi pH dan Waktu Reaksi*. 2(2).
- Haruda, S., & Fadli, A. (2016). *Pengaruh pH dan Waktu Reaksi Pada Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi*. 1–7.
- Hien, V. D., Huong, D. Q., & Bich, P. T. N. (2010). Study of the Formation of Porous Hydroxyapatite

Ceramics from Corals via Hydrothermal Process.
Journal of Chemistry, 48(5), 591–596.

Noviyanti, A. R., Pandu, R., Eddy, D. R., Kimia, L., Kimia, D., Matematika, F., Pa djaran, U., Raya, J., & Jatinangor, B. K. (2017). *Chimica et Natura Acta*. 5(3), 107–111.

Pratama, Y., & Irfa'i, M. A. (2023). *Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi*. 7–12.

Suryadi. (2011). *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*.

Yuliana, R., Rahim, E. A., & Hardi, J. (2017). *Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Basah Pada Berbagai Waktu Pengadukan Dan Suhu Sintering*. 3(3), 201–210.

