

PENGARUH LAMA WAKTU PENGADUKAN PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI TULANG SAPI DENGAN METODE PRESIPITASI UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL

Abdhul Halim Amrullah

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: abdhul.19023@mh.s.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Hidroksiapatit merupakan salah satu biomaterial yang dapat dimanfaatkan untuk perbaikan jaringan tulang pada manusia. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis hidroksiapatit menggunakan tulang sapi sebagai sumber kalsium utama dengan memvariasikan lama waktu pengadukan pada proses presipitasi. Variasi lama waktu pengadukan yang digunakan pada penelitian ini adalah 25 menit, 50 menit, 75 menit, dan 100 menit. Selanjutnya, hasil sintesis akan dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas dan kemurniannya, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologinya. Hasil dari uji *X-Ray Diffraction* (XRD) diketahui tidak terjadinya perubahan yang signifikan terhadap nilai kristalinitas dan nilai kemurnian hidroksiapatit. Hasil uji dari *Scanning Electron Microscope* (SEM) diketahui terjadinya proses kristalisasi yang semakin baik seiring bertambahnya lama waktu pengadukan.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, Presipitasi, Tulang Sapi.

Abstract

Hydroxyapatite is a biomaterial that can be used to repair bone tissue in humans. In this research, hydroxyapatite synthesis will be carried out using bovine bone as the main source of calcium by carrying the stirring time during precipitation process. The variations of stirring time used in this study were 25 minutes, 50 minutes, 75 minutes and 100 minutes. Then the result will be characterized using X-Ray Diffraction (XRD) to determine the crystalline and purity value, and Scanning Electron Microscope (SEM) to determine the morphology. The results of the X-Ray Diffraction (XRD) showed that there was no significant change in the crystallinity and purity values of the hydroxyapatite. From the results of the Scanning Electron Microscope (SEM) test it is known that the crystallization process is getting better as the stirring time increases.

Keywords: Hydroxyapatite, Calcination, Precipitation Method, Bovine Bone

PENDAHULUAN

Penggunaan kendaraan motor yang cukup tinggi dan bencana alam yang sering terjadi di Indonesia merupakan salah satu alasan terjadinya kerusakan tulang. Selain dua hal tersebut penyakit dan usia lanjut merupakan penyebab terjadinya *osteoporosis*, infeksi tulang dan tumor tulang. Hal tersebut membuat kebutuhan biomaterial yang digunakan untuk perbaikan jaringan tulang terutama hidroksiapatit meningkat.

Hidroksiapatit merupakan material biokeramik dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Jaringan keras pada makhluk hidup umumnya memiliki kandungan hidroksiapatit seperti pada tulang dan gigi. Struktur kristal hidroksiapatit juga mempunyai kemiripan dengan struktur tulang, mempunyai sifat bioaktif, dan biokompatibel sehingga cocok digunakan pada implant tulang (Afifah dan Cahyaningrum, 2020). Senyawa ini diketahui baik pada bidang biomedis karena memiliki struktur kristal dan susunan komponen mineral dengan tingkat kemiripan yang tinggi pada tulang manusia (Rachmantio dan Irfa'i, 2023).

Pada saat ini, penggunaan hidroksiapatit di Indonesia masih bergantung pada kegiatan impor, dimana berdampak pada harga yang melambung tinggi. Sintesis hidroksiapatit dari sumber alami dibutuhkan untuk menanggulangi permasalahan tersebut. Hal tersebut juga didukung dengan sumber daya kalsium alami yang berlimpah di Indonesia. Bahan baku dalam penggunaan hidroksiapatit alami harus memiliki kadar kalsium yang tinggi seperti terdapat pada tulang sapi, cangkang telur, dan cangkang kepiting (Supangat dan Cahyaningrum, 2017).

Salah satu sumber kalsium alami yang berlimpah di Indonesia adalah tulang sapi. Tulang sapi menyediakan kandungan mineral berupa kalsium dan fosfor. Kandungan kalsium pada tulang sapi sebesar 7,07% dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO_3), dan sebesar 1,96% dalam bentuk kalsium fluorida (CaF_2). Sedangkan, kandungan fosfor yang disediakan tulang sapi sebesar 2,09% dalam bentuk magnesium fosfat ($\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$), dan sebesar 58,30% dalam bentuk kalsium fosfat ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$). Kandungan kalsium dan fosfor yang disediakan oleh tulang sapi inilah yang akan

dimanfaatkan pada sintesis hidroksiapatit (Yuliana dkk, 2017).

Untuk memperoleh sintesis hidroksiapatit terlebih dahulu harus melalui proses kalsinasi dengan tujuan menghilangkan senyawa karbon dan air pada serbuk tulang sapi (Melianti, 2017). Metode sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan beberapa metode. Pada penelitian ini metode sintesis yang digunakan adalah pengendapan basah dikarenakan memiliki tingkat kontaminasi yang rendah, dan dapat menghasilkan hidroksiapatit dengan tingkat kemurnian yang tinggi (Supangat dan Cahyaningrum, 2017). Dalam proses memperoleh sintesis hidroksiapatit perlu memperhatikan banyak hal untuk mendapatkan hidroksiapatit dengan kemurnian yang tinggi. Dalam proses presipitasi lama waktu pengadukan akan menyebabkan temperature reaksi dan tumbukan antar partikel akan meningkat (Fadli dkk, 2019).

METODE

• Instrumen, Alat dan Bahan

• Instrumen

Instrumen penelitian pada penelitian kali ini adalah mesin *X-Ray Diffracton* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

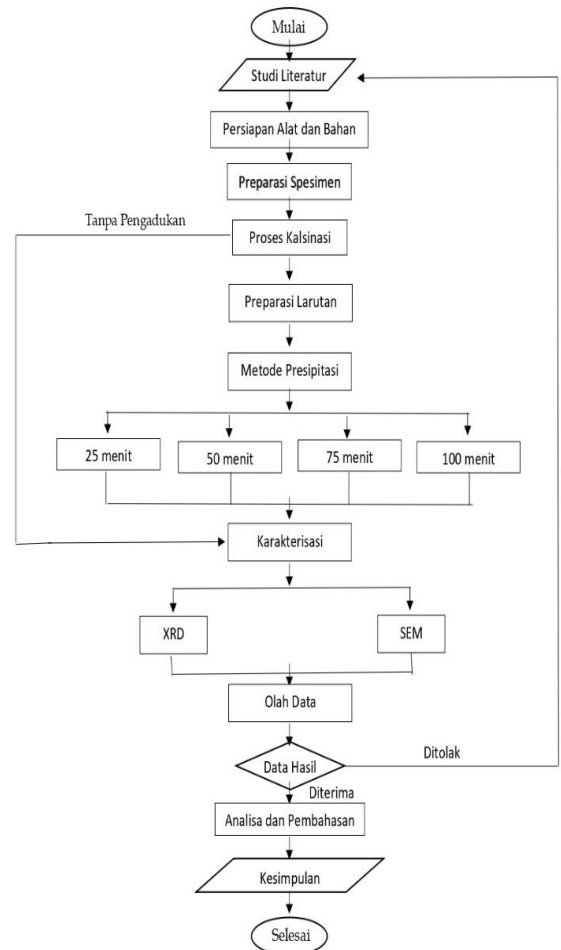
• Alat

Alat alat yang digunakan pada penelitian kali ini adalah Penggilingan Tipe *Disk Mill*, *Furnace*, Saringan, *Blender*, Lumpang Alu, *Magnetic Stirrer*, Ph Meter, Gelas Ukur, Pipet Tetes, dan Timbangan Digital

• Bahan

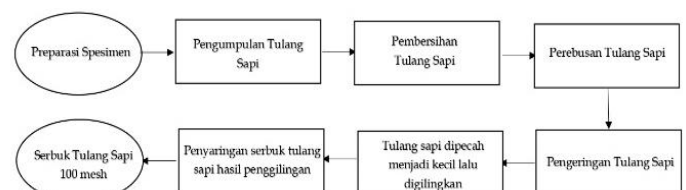
Bahan bahan yang digunakan pada penelitian kali ini adalah Tulang Sapi, Aquades, NaOH, H₃PO₄.

• Langkah Penelitian



Gambar 1. Flowchart Penelitian

• Persiapan Spesimen

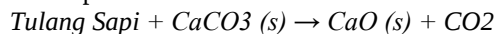


Gambar 2. Flowchart Persiapan Spesimen

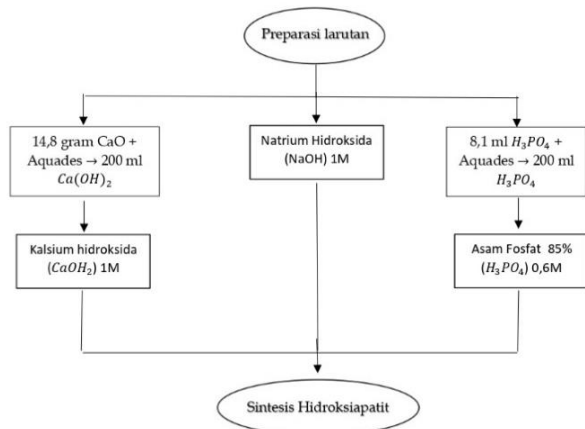
Persiapan spesimen dimulai dengan mengumpulkan tulang sapi yang akan digunakan. Tahap berikutnya adalah pembersihan tulang sapi dari kotoran dan lemak yang terdapat pada tulang sapi tersebut dengan cara dicuci dan dilakukan perebusan selama kurang lebih 12 jam dengan suhu 90°C. lalu tulang sapi akan melalui proses penjemuran selama tujuh hari agar tulang sapi benar benar kering. Setelah itu, tulang sapi akan dilakukan penggilingan dengan mesin penggiling tipe *disk mill*. Hasil dari penggilingan tersebut akan dilakukatkan penyaringan dengan saringan. Sehingga hasil akhir dari preparasi spesimen adalah serbuk tulang sapi yang berukuran 100 mesh.

• Tahap Kalsinasi

Serbuk tulang sapi yang telah diperoleh akan dilakukan proses kalsinasi dengan memanaskannya pada suhu 1000°C selama 6 jam dengan menggunakan *furnace*. Tahap kalsinasi dilakukan untuk memperoleh CaO.

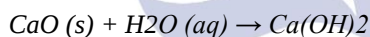


• Preparasi Larutan



Gambar 3. Flowchart Preparasi Larutan

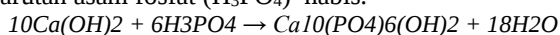
Larutan yang perlu untuk disiapkan pada tahap ini adalah larutan kalsium hidroksida Ca(OH)_2 sebesar 1 M, larutan natrium hidroksida NaOH sebesar 1 M dan larutan asam fosfat H_3PO_4 sebesar 0,6 M. Larutan kalsium hidroksida didapatkan dengan mencampurkan serbuk tulang sapi sebanyak 14,8 gram dengan aquades hingga volumenya naik hingga 200 ml.



Larutan asam fosfat (H_3PO_4) sebesar 0,6 M didapatkan dengan cara mengencerkan H_3PO_4 85% sebanyak 8,1 ml dengan 200 ml aquades. Untuk larutan NaOH yang digunakan didapatkan dari NaOH cair dengan molaritas 1 M.

• Tahap Sintesis Hidroksiapatit

Sintesis hidroksiapatit didapatkan dengan melakukan sintesis larutan kalsium hidroksida Ca(OH)_2 dengan larutan asam fosfat (H_3PO_4) dengan kecepatan penambahan larutan asam fosfat sebanyak 5ml/menit. Proses penambahan dilakukan hingga larutan asam fosfat (H_3PO_4) habis.



Setelah proses pencampuran selesai, dilakukan variasi lama waktu pengadukan selama 25 menit, 50 menit, 75 menit, dan 100 menit, proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan sebesar 300 rpm dan suhu 90°C. setelah itu sampel dilakukan proses *aging* selama satu hari penuh.

Endapan yang didapatkan dari proses tersebut akan disaring menggunakan kertas saring. Setelah itu akan dilakukan pengeringan menggunakan oven dengan suhu 120°C selama 5 jam.

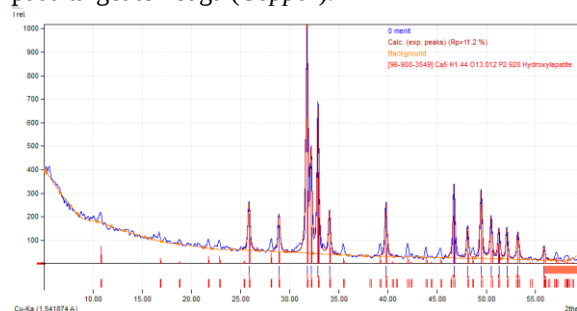
• Karakterisasi Hidroksiapatit

Agar kita dapat mengetahui nilai kristalinitas dan kemurnian hidroksiapatit yang didapatkan perlu dilakukan karakterisasi dengan menggunakan uji $X\text{-Ray Diffraction}$ (XRD). Untuk mengetahui bagaimana bentuk morfologi yang didapatkan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan uji *Scanning Electron Microscope* (SEM).

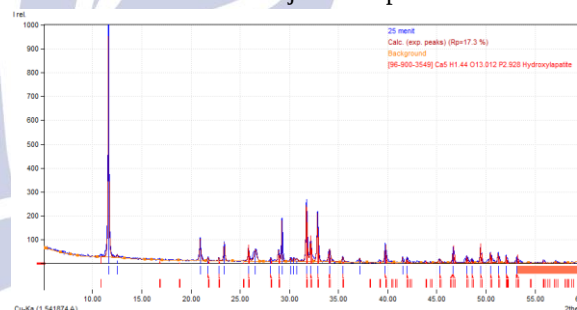
HASIL DAN PEMBAHASAN

• Hasil Pengujian

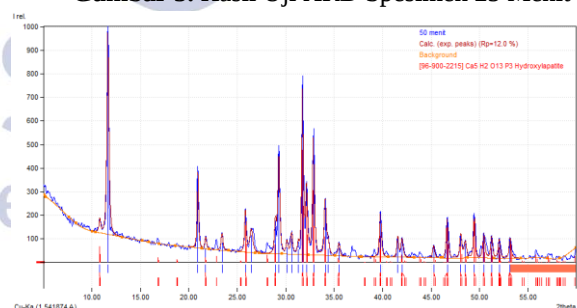
Pengujian XRD dilangsungkan dengan menggunakan sudut 2 theta, dengan sudut 0° hingga 60° dilangsungkan dengan tegangan 30 kV pada 30.0 mA pada target tembaga (*Copper*).



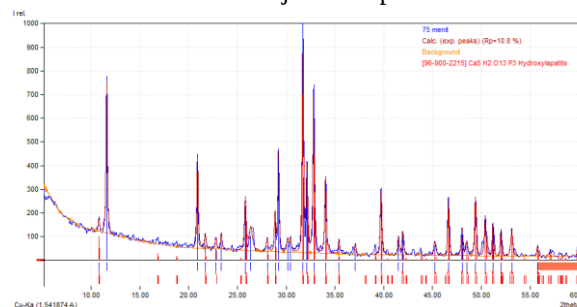
Gambar 4. Hasil Uji XRD Spesimen 0 Menit



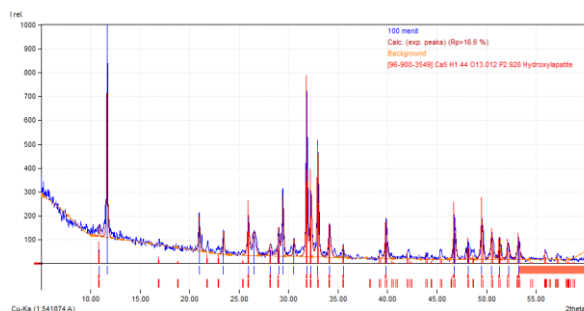
Gambar 5. Hasil Uji XRD Spesimen 25 Menit



Gambar 6. Hasil Uji XRD Spesimen 50 Menit



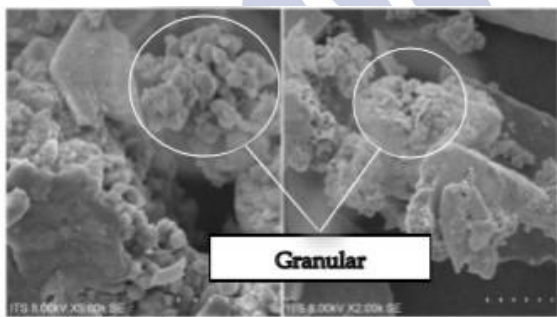
Gambar 7. Hasil Uji XRD Spesimen 75 Menit



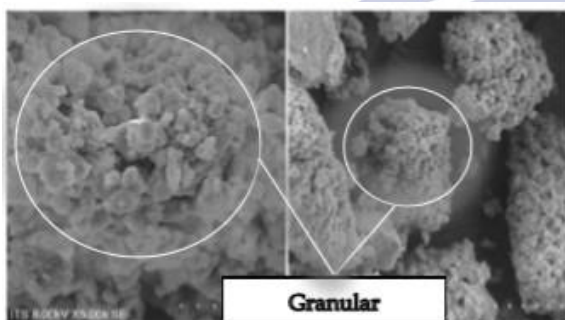
Gambar 8. Hasil Uji XRD Spesimen 100 Menit

Hasil Pengujian XRD menunjukkan puncak-puncak hidroksiapatit yang muncul dengan ditandai warna merah. Seluruh spesimen memiliki kesamaan dimana puncak hidroksiapatit pertama kali muncul diantara sudut 10° dan 15° . Sementara itu puncak hidroksiapatit tertinggi muncul pada sudut 30° hingga 35° .

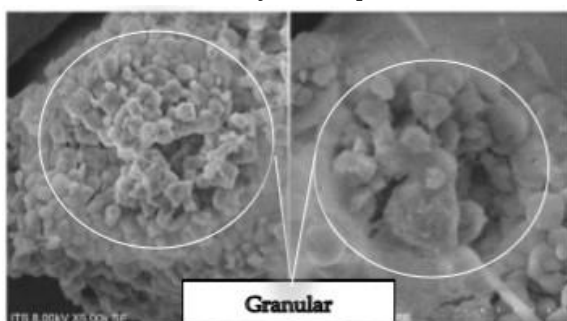
Pengujian SEM dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui bagaimana struktur morfologi yang terbentuk pada sintesis hidroksiapatit tersebut. Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan perbesaran sebesar 5000 kali.



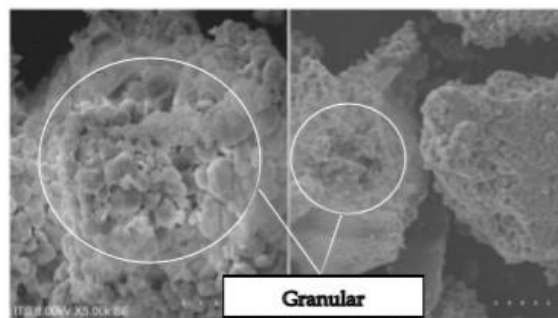
Gambar 9. Hasil Uji SEM Spesimen 0 Menit



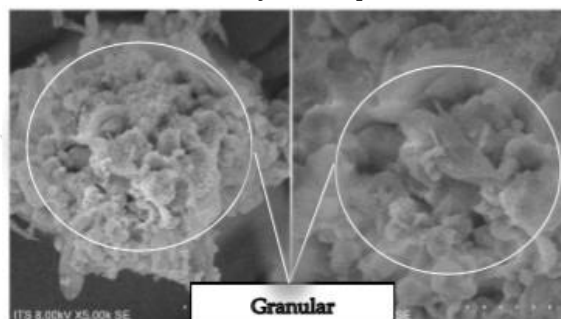
Gambar 10. Hasil Uji SEM Spesimen 25 Menit



Gambar 11. Hasil Uji SEM Spesimen 50 Menit



Gambar 12. Hasil Uji SEM Spesimen 75 Menit



Gambar 13. Hasil Uji SEM Spesimen 100 Menit

Hasil dari pengujian SEM menunjukkan bentuk morfologi dari hidroksiapatit yang didapat. Pada gambar 9, terlihat struktur morfologi hidroksiapatit tersebut memiliki bentuk granular dan terdapat bongkahan dengan bentuk persegi tidak beraturan. Gambar 10 dan 11 menunjukkan bentuk morfologi berbentuk granular dengan susunan jarak antar partikel yang tidak rapat. Pada gambar 12, memiliki bentuk yang cukup mirip dengan bentuk sebelumnya, tetapi pada sampel ini susunan jarak antar partikelnya lebih rapat dibanding sebelumnya. Gambar 13, menunjukkan bentuk morfologi yang tidak beraturan dikarenakan terjadi pelapasan ikatan pada sampel tersebut.

• Hasil Analisa

Group Statistics					
	Summed	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Puncak Hap	72.6667	28	2.5562	2.82639	.53639
25 menit	76.5435	23	3.3194	6.40273	1.12695

Independent Samples Test										
		Levene's Test for Equality of Variances			t-Test for Equality of Means					
		F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
									Lower	Upper
Puncak Hap	Equal variances assumed	.906	.345	-.639	49	.526	-.75222	1.17872	-3.12096	1.61651
	Equal variances not assumed			-.603	31.775	.551	-.75222	1.24775	-3.28446	1.78002

Gambar 14. Hasil Uji T-Test Spesimen 25 Menit

Group Statistics				
	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Puncak Hap	28	2.5562	2.82639	.53639
50 menit	32	2.3018	3.64987	.64523

Independent Samples Test										
		Levene's Test for Equality of Variances			t-Test for Equality of Means					
		F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
									Lower	Upper
Puncak Hap	Equal variances assumed	.953	.319	.207	59	.837	.17634	.95326	-1.63153	1.98420
	Equal variances not assumed			.215	57.256	.834	.17634	.93967	-1.50376	1.95538

Gambar 15. Hasil Uji T-Test Spesimen 50 Menit

Pengaruh Lama Waktu Pengadukan Pada Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi Untuk Aplikasi Biomaterial

Group Statistics				
sample	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Puncak Hap	25	2.5562	2.81639	0.5579
75 menit	25	2.4952	2.50592	0.5084

Independent Samples Test									
Levene's Test for Equality of Variances					t-test for Equality of Means				
	F	Sig.	t	df	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	Lower	
Puncak Hap	.010	.919	.072	50	.043	.05978	-.07455	1.16145	1.2410
Equal variances assumed									
Equal variances not assumed			.073	57.678	.042	.05978	-.07455	1.16145	1.2410

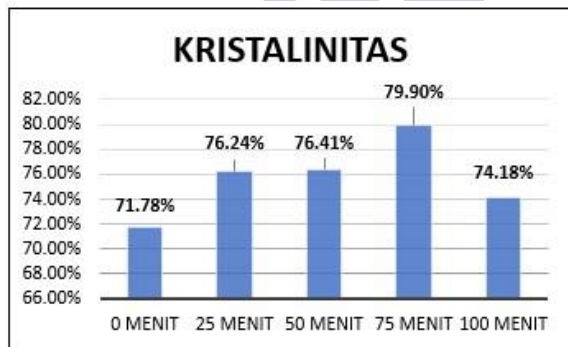
Gambar 16. Hasil Uji T-Test Spesimen 75 Menit

Group Statistics				
sample	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Puncak Hap	25	2.5562	2.81639	0.5579
100 menit	25	2.6443	3.95008	0.7792

Independent Samples Test									
Levene's Test for Equality of Variances					t-test for Equality of Means				
	F	Sig.	t	df	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	Lower	
Puncak Hap	.021	.885	-.095	54	-.08687	.00557	-1.00164	1.72489	
Equal variances assumed									
Equal variances not assumed			-.095	48.987	-.025	-.08687	-.00557	1.00164	1.72489

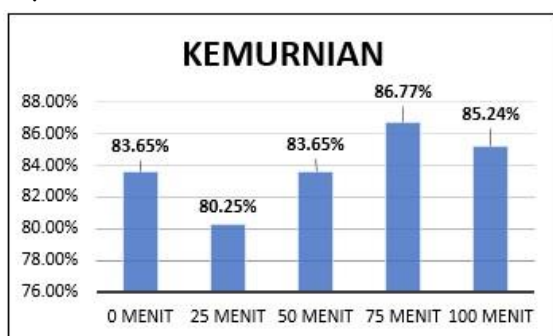
Gambar 17. Hasil Uji T-Test Spesimen 100 Menit

Uji t-test diatas dilakukan dengan membandingkan spesimen dengan perlakuan pengadukan selama 25 menit, 50 menit, 75 menit, dan 100 menit dengan spesimen tanpa dilakukan pengadukan. Hasil dari uji tersebut diketahui bahwa tidak terdapat perubahan yang signifikan dari sampel dengan dilakukan pengadukan dan sampel tanpa dilakukan pengadukan.



Gambar 18. Grafik Kristalinitas

Dari grafik kristalinitas diatas dapat kita amati bahwa nilai kristalinitas naik seiring bertambahnya waktu pengadukan. Namun nilai tersebut turun pada spesimen dengan lama waktu pengadukan mencapai 100 menit. Nilai kristalinitas tertinggi terjadi pada spesimen dengan lama waktu pengadukan 75 menit dengan nilai kristalinitas sebesar 79,90%. Sedangkan, untuk nilai kristalinitas terkecil terjadi pada spesimen tanpa dilakukan pengadukan dengan nilai kristalinitas sebesar 71,78%.



Gambar 19. Grafik Kemurnian

Tidak seperti grafik kristalinitas, grafik kemurnian memiliki nilai yang naik turun pada tiap spesimennya. Pada spesimen dengan lama waktu pengadukan 25 menit memiliki nilai kemurnian yang lebih rendah dibanding spesimen tanpa dilakukan pengadukan. Hal tersebut terjadi karena pada waktu awal pengadukan dimulai terdapat senyawa lain yang juga tereaksi sehingga nilai kemurnian hidroksiapatit menurun.

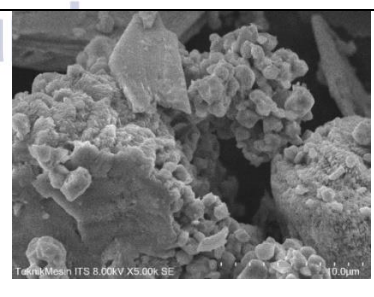
Setelah itu, nilai kemurnian kembali naik hingga pada spesimen dengan lama waktu pengadukan 75 menit, dan kembali turun pada spesimen dengan lama waktu pengadukan 100 menit. Nilai kemurnian tertinggi terjadi pada spesimen 75 menit dengan nilai kemurnian sebesar 86,77% dan nilai kemurnian terendah terjadi pada spesimen 25 menit dengan nilai kemurnian sebesar 80,25%.

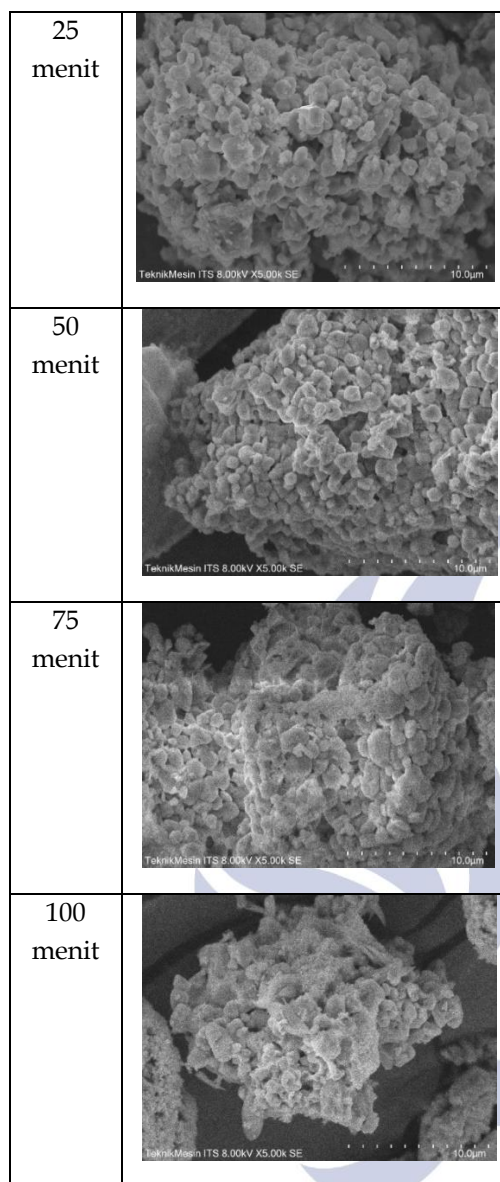
Tabel 1. Hasil Analisis Sampel XRD

Kandungan	Lama waktu Pengadukan				
	0 menit	25 menit	50 menit	75 menit	100 menit
Kemurnian	83,65%	80,25%	83,56%	86,77%	85,24%
Kristalinitas	71,78%	76,24%	76,41%	79,90%	74,18%

Kemurnian hidroksiapatit menunjukkan bagaimana kualitas dari hidroksiapatit tersebut. Sedangkan kristalinitas berpengaruh pada sifat mekanis seperti keuletan dari hidroksiapatit tersebut. Semakin tinggi nilai kemurnian dan kristalinitas maka semakin baik kualitas hidroksiapatit tersebut. Dari penelitian ini diketahui spesimen dengan kualitas terbaik adalah spesimen dengan lama waktu pengadukan 75 menit. Pada sampel tersebut memiliki nilai sebesar 86,77% untuk kemurnian yang didapat, dan nilai sebesar 79,90% untuk nilai kristalinitas yang didapat.

Tabel 2. Hasil Analisa Uji SEM

Lama Waktu	Gambar Morfologi
0 menit	



dimana bentuk morfologinya mulai berantakan. Dari hasil data pengujian SEM dapat kita amati bagaimana bentuk morfologi hidroksiapatit yang terbentuk. Struktur morfologi dari hidroksiapatit diatas memiliki bentuk kumpulan kristal kecil yang berbentuk butiran atau disebut granular. Pada sampel tanpa dilakukan pengadukan dapat kita lihat bagaimana bentuk morfologi hidroksiapatit yang masih berbentuk bongkahan persegi tidak beraturan. Lalu pada proses pengadukan selama 25 menit dan 50 menit terjadi proses nukleusisasi atau pembentukan inti dimana morfologi mulai berbentuk seperti granular tetapi susunan antar partikelnya tidak rapat.

Setelah mengalami proses pembentukan inti, tahap selanjutnya adalah kristalisasi dimana inti yang telah terbentuk akan tumbuh menjadi kristal yang dapat kita amati pada morfologi sampel dengan lama waktu pengadukan 75 menit. Pada morfologi tersebut terlihat susunan kristal hidroksiapatit berbentuk granular dan jarak antar partikel rapat. Pada sampel dengan proses pengadukan 100 menit terjadi proses rekristalisasi dimana terdapat ikatan senyawa mulai lepas. Hal ini

diperlihatkan dengan bentuk morfologi pada sampel 100 menit.

PENUTUP

Simpulan

Hasil dari penelitian ini menunjukan tidak terjadinya perubahan yang signifikan pada nilai kemurnian dan kristalinitas terhadap lama waktu pengadukan yang dilakukan pada tahap presipitasi. Namun, lama waktu pengadukan memiliki pengaruh pada morfologi hidroksiapatit. Proses kristalisasi terjadi semakin baik seiring bertambahnya lama waktu pengadukan. Dari penelitian ini didapatkan sampel dengan nilai kemurnian dan kristalinitas terbaik terjadi pada spesimen 75 menit dengan nilai kemurnian 86,77% dan nilai kristalinitas 79,90%.

Saran

Untuk mendapatkan nilai yang signifikan pada kristalinitas dan kemurnian hidroksiapatit yang didapat perlu ditambahkan variabel lain yang dapat mempengaruhi laju reaksi yang terjadi seperti suhu dan lama waktu yang dilakukan. Selain itu, pada penelitian ini mungkin memiliki nilai puncak diantara spesimen 75 dan 100 menit. Penelitian lebih lanjut dibutuhkan untuk mengetahui informasi tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- Afifah, Fifi dan Cahyaningrum, Sari E. (2020). *"Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi (Bos taurus) Menggunakan Teknik Kalsinasi"*. UNESA Journal of Chemistry Vol 9, No 3..
- Meilianti. (2017). *"Isolasi Kalsium Oksida (CaO) Pada Cangkang Sotong (CUTTLEFISH) Dengan Proses Kalsinasi Menggunakan Asam Nitrat Dalam Pembuatan PRECIPITATED CALSIUM CARBONAT (PCC)"*. Distilasi, Vol 2 No 1, Hal 1-8.
- Pratama, Yoppy dan Irfai, Mochamad A. (2023). *"Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi"*. JTM. VOLUME 11 NOMER 01, 7-12.
- Supangat, Dicky dan Cahyaningrum, Sari E. (2017). *"Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Kepiting (scylla serrata) Dengan Metode Pengendapan Basah"*. UNESA Journal of Chemistry, Vol 6, No 3.
- Yuliana, Reflin, Erwin Abdul, Jaya Hardi. (2017). *"Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Basah Pada Berbagai Waktu Pengadukan Dan Suhu Sintering"*. KOVALEN, 3(3):201-210.
- Vazquez, C Guzman dan Barba, C Pina. Mungula, N. (2005). *"Stoichiometric Hydroxyapatite Obtained by Precipitation and Sol-Gel Processes"*. REVISTA MEXICANA DE FISICA 51 (3) 284-293.