

STUDI LAMA WAKTU PROSES HIDROTERMAL TERHADAP KEMURNIAN DAN MORFOLOGI PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT YANG BERASAL DARI TULANG SAPI UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL

Fachrul Yogi Pratama

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: fachrul.19014@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Dalam dunia kedokteran modern material hidroksiapatit banyak digunakan sebagai pengganti tulang manusia yang rusak, karena strukturnya yang sangat mirip dan sesuai dengan tulang manusia. Pada penelitian ini dilakukan sintesis hidroksiapatit menggunakan tulang sapi sebagai material utama dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal menggunakan suhu 121°C dengan variasi waktu 25 menit, 50 menit, 75 menit, dan 100 menit, menggunakan alat autoclave (autoklaf). Kemudian hasil akhir hidroksiapatit dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui kemurnian dan kristalinitasnya, dan menggunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui bentuk morfologi permukaan dan pengaruh dari waktu hidrotermal. Hasil pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) terjadi penurunan kristalinitas dan kemurnian seiring bertambahnya waktu proses hidrotermal. Sedangkan untuk pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) diketahui terjadi penggumpalan atau aglomerasi kristal ketika waktu proses hidrotermal terlalu lama.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, Kalsinasi, Hidrotermal, Tulang Sapi

Abstract

In the world of modern medicine, hydroxyapatite material is widely used as a replacement for damaged human bones, because its structure is very similar and compatible with human bones. In this research, hydroxyapatite was synthesized using beef bone as the main material using the hydrothermal method. The hydrothermal method uses a temperature of 121°C with time variations of 25 minutes, 50 minutes, 75 minutes and 100 minutes, using an autoclave. Then the final hydroxyapatite product was characterized using XRD (X-Ray Diffraction) to determine its purity and crystallinity, and using SEM (Scanning Electron Microscope) to determine the surface morphology and the influence of hydrothermal time. The results of the XRD (X-Ray Diffraction) test showed a decrease in crystallinity and purity as the hydrothermal process time increased. Meanwhile, for SEM (Scanning Electron Microscope) testing, it is known that crystal clumping or agglomeration occurs when the hydrothermal process time is too long.

Keywords: Hydroxyapatite, Calcination, Hydrothermal, Bovine Bone

PENDAHULUAN

Kelalaian terhadap penerapan K3 (Kesehatan dan Keselamatan Kerja) menjadi penyebab utama terjadinya kecelakaan kerja, tidak sedikit para korban kecelakaan kerja mengalami kerusakan tulang. Jika kerusakan tulang yang dialami cukup parah, maka diperlukan adanya pengobatan untuk memperbaikinya, dengan cara mengganti dengan benda lain yang memiliki persamaan fungsi dan sifat dengan tulang manusia. Biomaterial hidroksiapatit merupakan salah satu benda yang memiliki sifat yang mirip dengan tulang manusia.

Biomaterial merupakan suatu bahan sintesis yang dapat diimplankan kedalam sistem hidup sebagai pengganti fungsi dari jaringan hidup atau organ. Material yang digunakan untuk pengobatan tersebut harus memiliki sifat dapat menyesuaikan dengan tubuh manusia (*biocompatible*), dapat menyatu dengan tulang manusia (*bioactive*), dan tidak beracun (Johanssen dkk, 2015).

Dalam bidang medis biomaterial saat ini tengah gencar dikembangkan karena banyaknya kebutuhan akan hidroksiapatit sintetis yang diperlukan dalam dunia medis,

khususnya dalam perbaikan jaringan tulang yang mengalami kerusakan.

Hidroksiapatit atau HAp memiliki rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan kalsium apatit biokeramik yang ditemukan dalam gigi dan tulang manusia. Dalam dunia kedokteran modern material hidroksiapatit banyak digunakan sebagai pengganti tulang manusia yang rusak karena strukturnya yang sangat mirip dengan tulang manusia. Oleh karena itu tulang kerusakan dapat direkonstruksi dengan hidroksiapatit dapat dengan cepat membangun ikatan dengan tulang asli dalam tubuh manusia (Fitriawan dkk, 2014).

Saat ini penggunaan hidroksiapatit masih mengandalkan hidroksiapatit sintetis impor yang harganya relatif mahal. Selama ini hidroksiapatit sintetis diimpor dengan harga yang sangat mahal, yaitu sebesar 6,6 juta per 5 miligram hidroksiapatit sintesis dengan merk *Sigma Alderic*, padahal senyawa ini dapat disintesis dengan mencampurkan prekursor kalsium dan prekursor fosfat (Wardani, 2015).

Tulang sapi dapat dimanfaatkan sebagai sumber prekursor hidroksiapatit serta untuk dijadikan implan pada tulang manusia, kandungan hidroksiapatit dan kolagen pada

tulang sapi hampir mencakup semua komposisi anorganik dan organik pada tulang tersebut (Kheirallah dan Almeshaly, 2016).

Sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi perlu menggunakan metode kalsinasi. Metode kalsinasi yang digunakan untuk menghilangkan ion karbonat, senyawa organik dan air dalam tulang sapi sehingga dihasilkan hidroksiapatit dan juga dapat meningkatkan rendemen hidroksiapatit yang dihasilkan (Fifi dan Sari, 2020).

Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan beberapa metode. Pada penelitian ini digunakan metode hidrotermal karena pada saat ini metode hidrotermal menjadi sebuah teknik yang populer untuk menghasilkan hidroksiapatit dalam bentuk partikel murni atau nano partikel (Nayak, 2010).

Metode hidrotermal dapat didefinisikan sebagai proses mineralisasi yang memanfaatkan fase tunggal dengan suhu diatas suhu ruang ($T > 25^{\circ}\text{C}$) dengan menggunakan tabung autoklaf (autoclave), metode hidrotermal dalam prosesnya terbentuk padatan kristal tunggal, partikel murni atau nano partikel. Kelebihan dari metode hidrotermal yaitu dapat mempercepat interaksi antara materi padat dan cair, dapat terbentuk fase murni dan material homogen, difusivitas tinggi, viskositas rendah, dan meningkatnya daya larut (Yoshimura, 2008).

METODE

Jenis penelitian ini adalah penelitian eksperimen (*experimental research*), yaitu sebuah metode untuk mencari hubungan sebab akibat antara beberapa variabel yang berpengaruh.

Pada eksperimen kali ini, peneliti memvariasikan variabel lama waktu hidrotermal untuk mendapatkan hasil optimal pada sintesis hidroksiapatit dengan menggunakan metode hidrotermal.

• Alat, Bahan dan, Instrumen Penelitian

• Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan adalah Palu/Mortar, Lumpang Alu, Ayakan 100mesh, pipet tetes, Autoklaf (Autoclave), Kertas Saring, Kuas, Blender

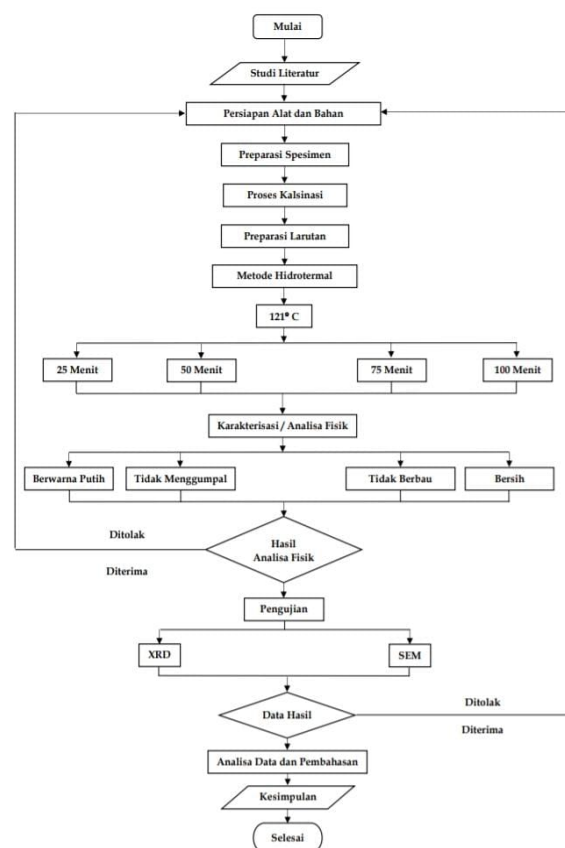
• Bahan

Pada penelitian ini menggunakan bahan antara lain Tulang Sapi, H_3PO_4 , NaOH, Air Aquades.

• Instrumen

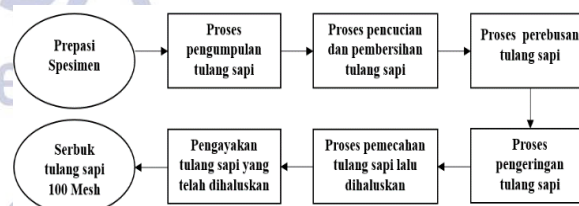
Gelas Ukur, XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscope*), Timbangan Digital, pH Meter, *Furnace*, *Magnetic Stierer*.

• Langkah Kerja Penelitian



Gambar 1. Flowchart Penelitian

• Preparasi Spesimen

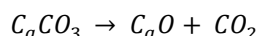


Gambar 2. Flowchart Preparasi Spesimen

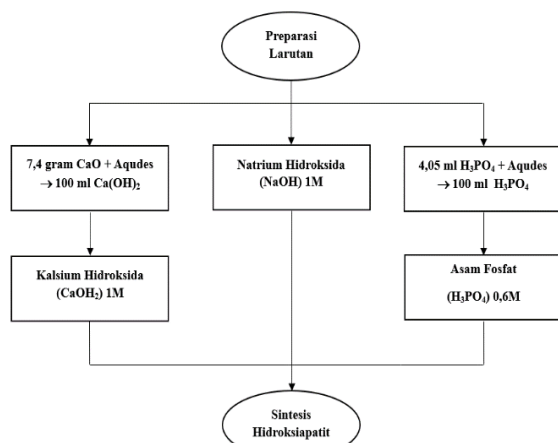
Pengumpulan tulang sapi merupakan proses awal dari preparasi spesimen. Proses berikutnya adalah pembersihan tulang sapi dari kotoran dan lemak, tersebut dengan cara dicuci menggunakan air bersih mengalir dan dilakukan perebusan dengan suhu 90°C - 95°C selama 6jam hingga kotoran dan kandungan lemak pada tulang sapi hilang. tulang sapi yang telah direbus kemudian dilakukan penjemuran dan pengeringan selama kurang lebih selama 7 hari dengan kondisi cuaca cerah, supaya tulang sapi kering secara maksimal. Kemudian tulang sapi yang telah kering dipecah ke bentuk yang kecil dengan palu, lalu ditumbuk dengan lumpang alu hingga ukurannya semakin kecil, kemudian dihaluskan dengan blender hingga menjadi serbuk tulang sapi, serbuk tulang sapi kemudian disaring dengan menggunakan saringan dengan kerapatan 100mesh sehingga ukuran serbuk tulang sapi bisa seragam.

• Tahap Kalsinasi

Serbuk tulang sapi yang sudah didapat kemudian dilakukan proses kalsinasi dengan mesin furnace dengan suhu 1000°C dengan lama waktu 6 jam. Tahap kalsinasi dilakukan untuk memperoleh CaO. Berikut reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi.

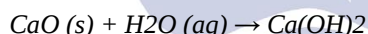


• Preparasi Larutan



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 1M.

• Sintesis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit disintesis dari CaO (tulang sapi) dan larutan asam fosfat. Larutan $Ca(OH)_2$ dicampurkan dengan larutan asam fosfat (H_3PO_4) dengan laju penambahan setiap 2.5mL/menit, proses pencampuran dilakukan hingga larutan H_3PO_4 habis. Selama proses pencampuran, suspensi atau campuran diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan pengadukan 300rpm dengan suhu 90°C dan waktu selama 1 jam sehingga homogen, kemudian dilakukan pengaturan pH menggunakan larutan NaOH hingga mencapai target yaitu nilai pH sekitar pH 11 sampai pH 12.

Setelah proses pencampuran selesai suspensi kemudian dilakukan proses hidrotermal dengan cara memasukan kedalam tabung autoclave kemudian dipanaskan pada suhu 121°C, dengan variasi lama waktu pada setiap spesimenya adalah 25 menit, 50

menit, 75 menit, dan 100 menit. Setelah proses hidrotermal suspensi kemudian didinginkan terlebih dahulu, setelah dingin dilakukan proses penyaringan suspensi menggunakan kertas saring supaya endapannya dapat terpisah. Endapan yang diperoleh kemudian dilakukan pengeringan menggunakan oven dengan suhu 150°C selama 30 menit untuk menghilangkan kadar airnya. Metode hidrotermal yang dilakukan berpedoman seperti pada penelitian yang dilakukan oleh (Hardiyanti, 2016).

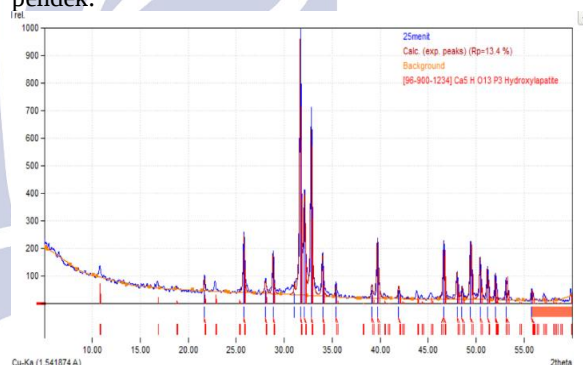
• Tahap Karakterisasi

Serbuk hidroksiapatit sintetis kemudian dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD (X-Ray Diffraction) untuk mengetahui kemurnian, komposisi, struktur, dan kristalinitasnya, dan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscope) untuk mengetahui morfologi permukaan dan pengaruh dari konsentrasi larutan, serta pengaruh suhu dan waktu hidrotermal.

HASIL DAN PEMBAHASAN

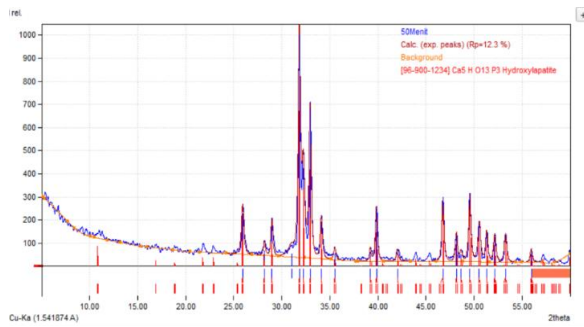
• Hasil Pengujian XRD (X-Ray Diffraction)

Pengujian XRD dilakukan menggunakan sudut 2θ sudut 10° sampai sudut 60° atau bisa dikatakan sudut pendek.



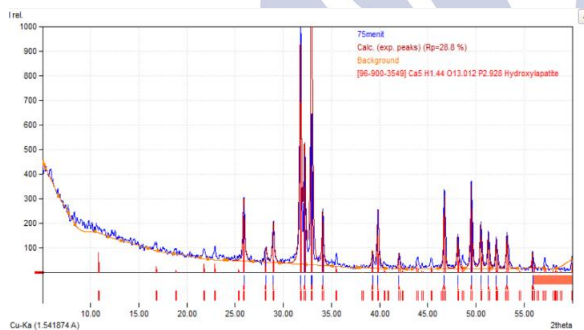
Gambar 4. Hasil Uji XRD Spesimen HAP 25 Menit

Uji sampel serbuk hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan spektrum XRD dengan sudut 2θ yang digunakan adalah sudut antara 10° - 60°. Pada data hasil pengujian XRD dengan sampel spesimen hidroksiapatit 25 menit didapat puncak-puncak hidroksiapatit yang ditandai dengan garis-garis merah yang ada pada gambar 4. Pada data hasil spesimen hidroksiapatit 25 menit puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,85° dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,90°. Dan didapatkan persentase nilai kristalinitas sebesar 76,38%.



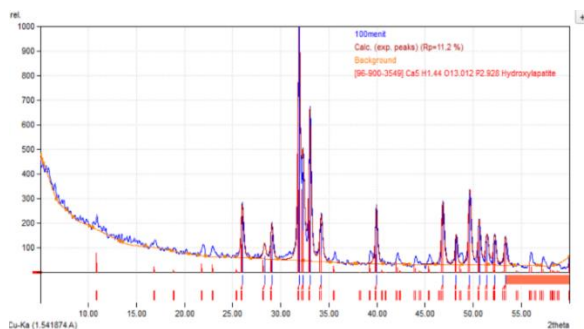
Gambar 5. Hasil Uji XRD Spesimen HAP 50 Menit

Uji sampel serbuk hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan spektrum XRD dengan sudut 2θ yang digunakan adalah sudut antara 10° - 60° . Pada data hasil pengujian XRD dengan sampel spesimen hidroksiapatit 50 menit didapat puncak-puncak hidroksiapatit yang ditandai dengan garis-garis merah yang ada pada gambar 5. Pada data hasil spesimen hidroksiapatit 50 menit puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut $10,78^\circ$ dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut $31,82^\circ$. Dan didapatkan persentase nilai kristalinitas sebesar 81,30%.



Gambar 6. Hasil Uji XRD Spesimen HAP 75 Menit

Uji sampel serbuk hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan spektrum XRD dengan sudut 2θ yang digunakan adalah sudut antara 10° - 60° . Pada data hasil pengujian XRD dengan sampel spesimen hidroksiapatit 75 menit didapat puncak-puncak hidroksiapatit yang ditandai dengan garis-garis merah yang ada pada gambar 6. Pada data hasil spesimen hidroksiapatit 75 menit puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut $10,80^\circ$ dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut $31,88^\circ$. Dan didapatkan persentase nilai kristalinitas sebesar 79,42%.



Gambar 7. Hasil Uji XRD Spesimen HAP 100 Menit

Uji sampel serbuk hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan spektrum XRD dengan sudut 2θ yang digunakan adalah sudut antara 10° - 60° . Pada data hasil pengujian XRD dengan sampel spesimen hidroksiapatit 100 menit didapat puncak-puncak hidroksiapatit yang ditandai dengan garis-garis merah yang ada pada gambar 7. Pada data hasil spesimen hidroksiapatit 100 menit puncak hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut $10,87^\circ$ dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut $31,92^\circ$. dan didapatkan persentase nilai kristalinitas sebesar 73,82%.

Color	Qual.	Entry	Formula	Cryst.	Candidate phase	P(2theta)	P(I/I0)	I scale fct.	I/c	FoM
C		96-210-5285	Ca5 O0.18	H		0.6838	0.9227	0.5961	1.07	0.8672
C		96-202-2592	Ca10.974 O...	A		0.6726	0.9393	0.6028	0.61	0.8668
C		96-900-1234	Ca5 H0.13 P3	H	Hydroxylapatite	0.7000	0.6970	0.5930	1.04	0.8656
C		96-900-2216	Ca5 H2 O13	H	Hydroxylapatite	0.6918	0.8989	0.5852	1.00	0.8652
C		96-901-0052	Ca5 H2 O13	H	Apatite-(CaOH)	0.6918	0.8989	0.5852	1.00	0.8652
C		96-210-5283	Ca5 O0.38	H						0.8651
C		96-900-3549	Ca5 H1.44 O...	H	Hydroxylapatite				1.02	0.8651

Gambar 8. Database Spesimen HAP 25 Menit

Pada gambar 8 adalah tampilan dari *software match* setelah hasil data uji XRD dimasukkan. Pada tabel bagian bawah dapat terlihat fasa-fasa yang terkandung pada hidroksiapatit sintesis. Pada spesimen hidroksiapatit 25 menit memiliki tingkat kemurnian 86,56%. Mirip dengan hidroksiapatit sintetik. Berdasarkan data JCPDS (Join Committee on Power Diffraction Standards) entry 96-900-1234 menunjukkan bahwa nilai FoM (Figure Of Merit) sebesar 86,56%.

Color	Qual.	Entry	Formula	Cryst.	Candidate phase	P(2theta)	P(I/I0)	I scale fct.	I/c	FoM
C		96-152-1039	Ca9.692 H2 ...	H	Ca9.692 Na0.04 Sm0.271 P...	0.6671	0.9101	0.6772	1.10	0.8618
C		96-700-9495	Ca4.755 O1...	H	hydroxylapatite, Ti-doped	0.6366	0.9559	0.7468	1.27	0.8615
C		96-210-5283	Ca5 O0.38	H		0.5986	0.9266	0.6718	1.06	0.8613
C		96-900-1234	Ca5 H0.13 P3	H	Hydroxylapatite	0.6810	0.8874	0.6721	1.04	0.8604
C		96-900-2216	Ca5 H2 O13	H	Hydroxylapatite	0.6810	0.8873	0.6655	1.00	0.8602
C		96-900-3549	Ca5 H1.44 O...	H	Hydroxylapatite	0.6683	0.8969	0.6733	1.02	0.8602
C		96-000-3553	Ca5 H1.44 O...	M	Carbonate-hydroxylapatite	0.6683	0.8969	0.6733	1.02	0.8602

Gambar 9. Database Spesimen HAP 50 Menit

Pada gambar 9 adalah tampilan dari *software match* setelah hasil data uji XRD dimasukkan. Pada tabel bagian bawah dapat terlihat fasa-fasa yang terkandung pada hidroksiapatit sintesis. Pada spesimen hidroksiapatit 50 menit memiliki tingkat kemurnian 86,04%. Mirip dengan hidroksiapatit sintetik. Berdasarkan data JCPDS (Join Committee on Power Diffraction Standards) entry 96-900-1234 menunjukkan bahwa nilai FoM (Figure Of Merit) sebesar 86,04%.

Color	Qual.	Entry	Formula	Cryst.	Candidate phase	P(2theta)	P(I/I0)	I scale fct.	I/c	FoM
C		96-152-1039	Ca9.692 H2 ...	H	Ca9.692 Na0.04 Sm0.271 P...	0.6731	0.8968	0.6937	1.10	0.8546
C		96-700-1907	Ca10 O0.6	H	Alkaline-earth Apatite	0.6451	0.9494	0.6520	1.08	0.8545
C		96-900-3549	Ca5 H1.44 O...	H	Hydroxylapatite	0.6774	0.8834	0.6932	1.02	0.8540
C		96-900-3553	Ca5 H1.44 O...	H	Carbonate-hydroxylapatite	0.6774	0.8834	0.6932	1.02	0.8540
C		96-901-1093	Ca5 H0.13 P3	H	Hydroxylapatite	0.6769	0.8782	0.6887	1.06	0.8532
C		96-901-1097	Ca5 H0.13 P3	H	Apatite-(CaOH)	0.6769	0.8782	0.6887	1.06	0.8532
C		96-001-1003	Ca5 H0.13 P3	M	hydroxylapatite	0.6769	0.8782	0.6887	1.06	0.8532

Gambar 10. Database Spesimen HAP 75 Menit

Pada gambar 10 adalah tampilan dari *software match* setelah hasil data uji XRD dimasukkan. Pada tabel bagian bawah dapat terlihat fasa-fasa yang terkandung pada hidroksiapatit sintesis. Pada spesimen hidroksiapatit 75 menit memiliki tingkat kemurnian 85,40%. Mirip dengan hidroksiapatit sintetik.

Berdasarkan data JCPDS (*Join Committee on Power Diffraction Standards*) entry 96-900-3549 menunjukkan bahwa nilai *FoM* (*Figure Of Merit*) sebesar 85.40%

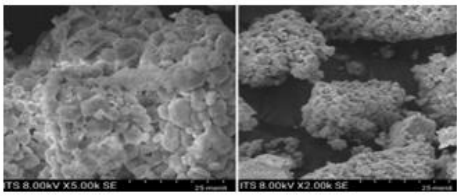
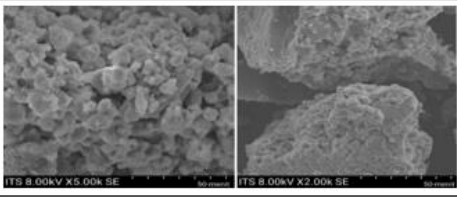
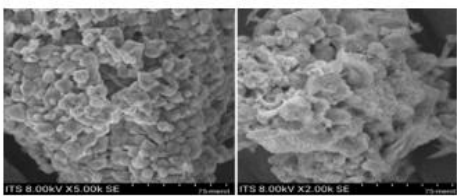
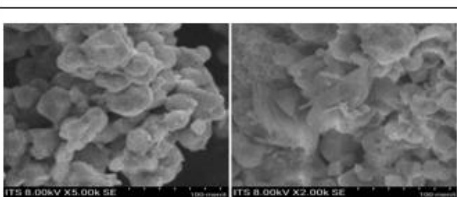
Color	Qual.	Entry	Formula	Cryst.	Candidate phase	P(2theta)	P(100)	I scale fct.	I/Ic	FoM
C		96-210-5283	Ca5O8.28	H		0.6995	0.8949	0.6691	1.06	0.8594
C		96-900-3549	Ca5H14O10	H	Hydroxylapatite	0.7157	0.8607	0.6723	1.02	0.8503
C		96-900-3553	Ca5H14O10	H	Carbonate-hydroxylapatite	0.7157	0.8607	0.6723	1.02	0.8503
C		96-721-5685	Ca8.921O2	H		0.7323	0.8358	0.6610	1.02	0.8492
C		96-901-1093	Ca5H10O13P3	H	Hydroxylapatite	0.7141	0.8551	0.6704	1.06	0.8492
C		96-901-1097	Ca5H10O13P3	H	Apatite-(CaOH)	0.7141	0.8551	0.6704	1.06	0.8492

Gambar 11. Database Spesimen HAP 100 Menit

Pada gambar 100 adalah tampilan dari *software match* setelah hasil data uji XRD dimasukkan. Pada tabel bagian bawah dapat terlihat fasa-fasa yang terkandung pada hidroksiapatit sintesis. Pada spesimen hidroksiapatit 100 menit memiliki tingkat kemurnian 85,03%. Mirip dengan hidroksiapatit sintetik. Berdasarkan data JCPDS (*Join Committee on Power Diffraction Standards*) entry 96-900-3549 menunjukkan bahwa nilai *FoM* (*Figure Of Merit*) sebesar 85.03%.

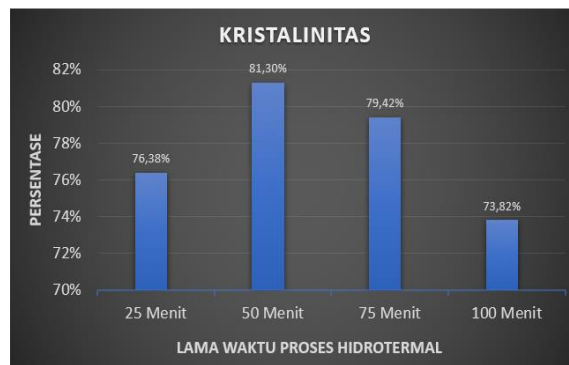
• Hasil Uji SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Tabel 1. Morfologi hasil Pengujian SEM

Spesimen	Morfologi Hasil Uji SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)	
25 Menit		
50 Menit		
75 menit		
100 Menit		

Tabel diatas merupakan data hasil uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang berupa gambar dengan perbesaran (*zoom*) sebesar 2000× dan 5000×.

• Hasil Analisa



Gambar 12. Grafik Kristalinitas

Fasa kristalinitas apatit memiliki hubungan terhadap kekuatan mekanis material (hidroksiapatit sintesis), semakin tinggi tingkat kristalinitas material memberikan kontribusi terhadap kekuatan mekanik yang semakin baik atau mendekati kekuatan mekanik pada tulang manusia (Wopenka dan Pateris 2005).

Dari grafik diatas dapat didapatkan bahwa serbuk tulang sapi yang dilakukan proses hidrotermal dengan lama waktu 50 menit memiliki ingkat kristalinitas yang paling baik, sehingga dapat dikatakan sampel spesimen mendekati kekuatan mekanik pada hidroksiapatit sintesis. Dapat diketahui juga semakin lama proses hidrotermal dilakukan maka kristalinitas juga akan semakin menurun.



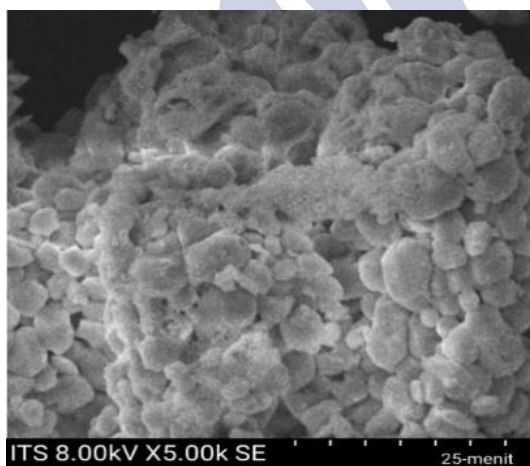
Gambar 13. Grafik Kemurnian

Kemurnian menjadi point utama dalam melakukan sintesis pada serbuk tulang sapi yang dijadikan hidroksiapatit sintesis, semakin murni hidroksiapatit sintesis yang dihasilkan dan sesuai dengan database JCPDS (*Join Committee on Power Diffraction Standards*) menandakan bahwa hidroksiapatit sintetik mempunyai kualitas yang baik. Dari grafik kemurnian diatas dapat dilihat bahwa spesimen hidroksiapatit dengan perlakuan waktu hidrotermal 25 menit dan 50 menit memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sebesar 86,56% dan 86,03%. Dapat diketahui juga dari grafik diatas bahwa semakin lama waktu proses hidrotermal yang dilakukan, secara perlahan kemurnian dari hidroksiapatit sintesis juga ikut menurun.

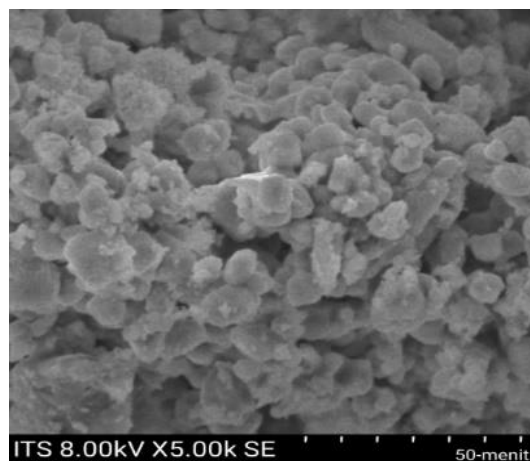
Tabel 2. Tabel Hasil Uji XRD

Kandungan	Lama Waktu Proses Hidrotermal			
	25 Menit	50 Menit	75 Menit	100 Menit
Kristalinitas (%)	76,38%	81,30%	79,42%	73,82%
Kemurnian (%)	86,56%	86,04%	85,40%	85,03%

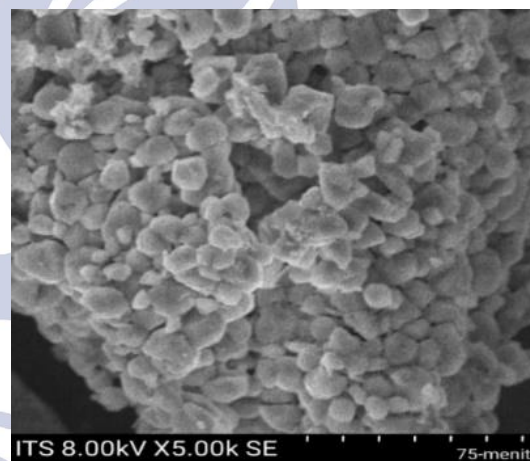
Pentingnya analisa ini dilakukan adalah untuk mengetahui hasil akhir hidroksiapatit sintetis yang terbaik. Dari hasil penelitian sampel spesimen yang telah dilakukan pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) dan analisis didapatkan bahwa kristalinitas spesimen serbuk tulang sapi yang telah di sintesis menjadi hidroksiapatit memiliki nilai yang paling tinggi terdapat pada proses hidrotermal dengan waktu 50 Menit dengan persentase kristalinitas sebesar 81,30%. Dan tingkat kristalinitas yang paling rendah terdapat pada spesimen yang dilakukan proses hidrotermal dengan lama waktu 100 menit, dengan persentase kristalinitas sebesar 73,82%.

**Gambar 14.** Morfologi SEM Spesimen HAP 25 Menit

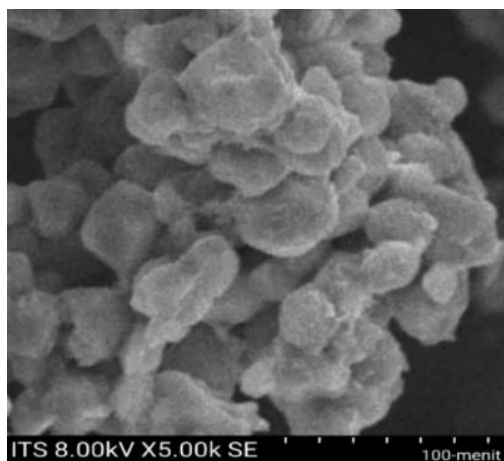
Gambar 14. menunjukkan bahwa morfologi permukaan butir spesimen hidroksiapatit 25 menit yang bergelombang dengan sebaran yang cukup homogen. Berbentuk Bongkahan dengan jarak antar partikel yang cukup rapat. Pada perbesaran 5000 kali terlihat ukuran butir juga berbentuk granular menyerupai bola. Namun pada spesimen ini bentuk partikel krista granular lebih banyak dan celahnya antar partikel dapat dikatakan stabil dan beraturan, jika dibanding dengan spesimen lainnya.

**Gambar 15.** Morfologi SEM Spesimen HAP 50 Menit

Gambar 15. menunjukkan bahwa morfologi permukaan butir spesimen hidroksiapatit 50 menit yang bergelombang dengan sebaran yang cukup homogen. Pada perbesaran 5000 kali terlihat ukuran butir kristal masih berbentuk granular mendekati bola dan memiliki struktur berpori yang berpola, namun pada spesimen ini mulai terdapat jarak di antara partikel kristal.

**Gambar 16.** Morfologi SEM Spesimen HAP 75 Menit

Gambar 16. Menunjukkan bahwa permukaan butir spesimen hidroksiapatit 75 menit pada perbesaran 5000 kali terlihat beberapa bentuk butir-butir kristal yang tidak beraturan dan jarak antar partikel tidak beraturan (ada yang rapat dan ada yang renggang juga) hal tersebut bisa disebabkan karena terjadinya proses rekristalisasi. Proses rekristalisasi merupakan proses pengurangan ukuran partikel kristal yang diakibatkan kepadatan kristal yang melemah karena sudah melewati titik optimum dalam proses pembentukan kristal hidroksiapatit.



Gambar 17. Morfologi SEM Spesimen HAP 100 Menit

Gambar 17 menunjukkan bahwa morfologi permukaan butir spesimen hidroksiapatit 100 menit yang bergelombang dengan sebaran yang cukup homogen. Pada perbesaran 5000 kali terlihat bentuk bongkahan kristal yang menggumpal karena terjadi aglomerasi (penggumpalan kristal) dan jarak antar partikel cenderung lebih renggang.

PENUTUP

Simpulan

Tingkat kemurnian hidroksiapatit sintetis yang berasal dari tulang sapi dengan metode sintesis menggunakan metode hidrotermal dapat menghasilkan hidroksiapatit yang memiliki kemurnian yang paling tinggi yaitu pada sampel spesimen hidroksiapatit 25 menit dengan tingkat kemurnian sebesar 86,56%. Bisa disimpulkan semakin lama waktu proses hidrotermal yang digunakan maka secara perlahan akan semakin turun juga tingkat kemurnian dari hidroksiapatit sintetis. Morfologi terbaik pada penelitian ini terdapat di spesimen hidroksiapatit 25 menit yang menunjukkan bahwa morfologi permukaan butir spesimen yang bergelombang dengan sebaran yang cukup homogen. Memiliki bentuk granular dengan jarak antar partikel yang cukup beraturan. Pada perbesaran 5000 kali terlihat ukuran butir juga berbentuk granular menyerupai bola. Pada spesimen ini bentuk partikel kristal granular lebih banyak dan celah antar partikel stabil dan beraturan, jika dibanding dengan spesimen lainnya. Hal tersebut juga didukung hasil uji XRD yang menunjukkan kemurnian yang paling tinggi pada spesimen hidroksiapatit 25 Menit.

Saran

Pada penelitian yang dilakukan nilai kemurnian dan kristalinitas sintesis hidroksiapatit dengan metode hidrotermal mungkin bisa lebih tinggi lagi, sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut yang untuk mendapatkan hasil yang lebih maksimal, menaikkan suhu hidrotermal mungkin salah satu upaya yang berpengaruh terhadap kristalinitas dan juga kemurnian hidroksiapatit. Untuk menghindari terjadinya gumpalan kristal yang berlebihan

pada hidroksiapatit sintetis, sebaiknya suhu hidrotermal yang digunakan jangan terlalu tinggi yaitu diantara suhu 121°C hingga 150°C. Rpm pengadukan pada magnetic stirrer bisa digunakan pada kecepatan 300Rpm dengan suhu 90°, karena berdasarkan penelitian yang dilakukan hal tersebut memberikan pengaruh baik terhadap hidroksiapatit sintetis, salah satunya bisa untuk menghindari terjadinya penggumpalan.

DAFTAR PUSTAKA

- Afifah, Fifi dan Sari Edi Cahyaningrum. (2020). "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi (*Bos Taurus*) Menggunakan Teknik Kalsinasi". *UNESA Journal of Chemistry* Vol.9, No.3.
- Anggresani, Lia. (2016). "Dip-Coating Senyawa Kalsium Fosfat Dari Batu Kapur Bukit Tui Dengan Variasi Ratio Mol Ca/P Melalui Metode Sol-Gel. *Jurnal Sains dan Teknologi* – ojs.iainbatusangkar.ac.id
- Corno, Marta, Claudia Busco, Bartolomeo Civalieri, and Piero Ugliengo. (2006). "Periodic ab initio Study Of Structural and Vibrational Features of Hexagonal Hydroxyapatite $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ". *Physical Chemistry Chemical Physics*, DOI: 10.1039/b602419j.
- Elhadad, Autar Mubarrak. (2021). "Pengaruh Suhu Hidrotermal Dalam Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dengan Memanfaatkan Potensi Udang Papai (*Acetes Erythraeus*) Sebagai Sumber Kalsium". Skripsi. Jambi: Universitas Jambi.
- Fadhilah, Raudhatul, Rizmahardian A. Kurniawan, Margarita M. Ica. (2015). "Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Ale-Ale (*Meretrix Spp*) Sebagai Material Graft Tulang". *Majalah Ilmiah Al Ribaath*, Vol.12, No.1 Hal.44-60. ISSN:1412-7156.
- Fitriawan, Margi, dkk. (2014). "Sintesis Hidroksiapatit Berbahan Dasar Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi Sebagai Kandidat Pengganti Graft". *Prosiding SNMF* : 1-5.
- Hardiyanti. (2016). "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Ikan Tuna (*Thunnus Albacores*) Dengan Metode Hidrotermal". Skripsi
- Henggu, Krisman Unggu, Bustami Ibrahim, Pipih Suptijah. (2019). "Hidroksiapatit Dari Cangkang Sotong Sebagai Sediaan Biomaterial Perancah Tulang". *Journal.ipb.ac.id*, Vol. 22 No.1.
- Johansson, P.Jimbo, R.Kozai, Y.Sakurai, T.Kjellin, P.Currie F. & Wennerberg, A. (2015). "Nanonized Hydroxyapatite Coating on PEEK Implants Enhances Early Bone Formation A Histological and Three Dimensional Investigation in Rabbit Bone". *Materials*. 8(7) : 3815-3830.

- M. Kheirallah, H. Almeshaly. (2016). “*Bone Graft For Bone Deffect Regeneration.A Collective Review*”. International Journal of Dentistry and Oral Science (IJDOS).ISSN:2377-8075.
- Mozartha, Martha. (2015). “*Hidroksiapatit dan Aplikasinya Di Bidang Kedokteran Gigi*”. Cakradonya Dent J2015; 7 (2) : 807-868.
- Nayak, Amit Kumar. (2010).”*Hydroxyapatite Synthesis Methodologies : An Overview*”. International Journal of ChemTech Research CODEN(USA):IJCRGG. ISSN:0974-4290. Vol.2,No.2,pp903-907.
- Pratama, Yoppy dan Irfa’i, Mochamad Arif. (2023). “*Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurniaan Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi*”. Jurnal Teknik Mesin. Vol.11 No.01 Tahun 2023, 7-12
- Shojai, Mehdi Sadat , Khorasani, Mohammad Taghi , Khosdargi, Ehsan Dinpanah , Jamshidi Ahmad. (2013). *Synthesis Methods For Nanosized Hydroxyapatite With Diverse Structures*. Iran Polymer and Petrochemical Institute (IPPI), P.O. Box 14965/115 Tehran, Iran.
- Suchanek, Wojciech L and Richard E. Riman.(2006).”*Hydrothermal Synthesis Of Advance Ceramic Powder.*”. Advance in Science Techonology Vol. 45 (2006). H. 184-193.
- Suryadi. (2011). “*Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Pengendapan Basah*”.Tesis.Depok:UI
- Taufik Ahmad, dkk.(2017).”*Karakterisasi Hydroxyapatite Alami Yang Dibuat Dari Tulang Sapi dan Cangkang Telur Sebagai Bahan Untuk Donor Tulang (Bone Graft)*”. Jurnal Kedokteran Unram 2017, 6(1):9-13. ISSN 2301-5977, e-ISSN-7154.
- Warastuti, Yessy, Emil Budianto, dan Darmawan. (2014). “*Sintesis Dan Karakterisasi Membran Komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Khitosan-Poli (Vinil Alkohol) Untuk Aplikasi Biomaterial*”. Jurnal Sains Materi Indonesia. Vol.16, No.2. ISSN: 1411-1098, h 83-90.
- Wahid, A.Abd Malik. (2015). “*Pengaruh Lama Perendaman Dan Perbedaan Konsentrasi Etanol Terhadap Nilai Rendemen dan Sifat Fisiko-Kimia Gelatin Tulang Sapi*”. Skripsi. Makasar: Universitas Hasanuddin.
- Wopenka B dan Pasteris JD. (2005). “*A mineralogical perspective on the apatite in bone*”. Journal of Materials Science and Engineering. 25(2): 131-143.
- Yoshimura, E.K.(2008).”*Hydrothermal Processing Of Materials: Post Present and Future*”. J mater Sci.Vol.43:(2008), h 2013-2085.