

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

Chamim Alhaq

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: chamim.19016@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

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

Abstrak

Tulang sapi merupakan limbah yang banyak dihasilkan di Indonesia tercatat pada tahun 2008 hingga 2011 rumah potong hewan memotong sebanyak 1.519.178 ekor pertahun. Limbah tulang sapi banyak dimanfaatkan menjadi pakan ternak yang memiliki nilai ekonomis yang rendah, seharusnya pemanfaatan limbah tulang sapi dapat ditingkatkan lagi salah satunya sebagai bahan dasar dari biomaterial hidroksiapatit. Dalam memperoleh hidroksiapatit pada penelitian yang dilakukan melalui proses kalsinasi dengan suhu 1000°C selama 6 jam, dilanjutkan dengan metode pengendapan basah atau presipitasi dengan variasi kecepatan pengadukan 0 rpm, 250 rpm, 350 rpm, 450 rpm. Hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui kemurnian, kristalinitas dan ukuran kristal, serta *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengidentifikasi morfologi hidroksiapatit. Berdasarkan pada hasil analisis dan penelitian sampel hidroksiapatit dengan kecepatan pengadukan 350 rpm mendapatkan hasil terbaik dibandingkan sampel lainnya dengan kemurnian 90,49%, kristalinitas 77,69%, dan ukuran kristal 32,63 nm. Hasil uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) menunjukkan pengaruh kecepatan pengadukan pada sintesis hidroksiapatit tulang sapi dimana seiring bertambahnya kecepatan pengadukan akan mempengaruhi proses kristalisasi.

Kata Kunci: Ukuran Butiran Abrasif, Kecepatan Pemakanan, Baja SKD 61, Kekasaran Permukaan, dan Temperatur Permukaan.

Abstract

Cow bones are abundant waste produced in Indonesia, recorded from 2008 to 2011, where slaughterhouses processed 1,519,178 heads annually. The cow bone waste is commonly utilized as low-value livestock feed. However, its utilization could be enhanced, such as being a primary material for hydroxyapatite biomaterials. In obtaining hydroxyapatite for this research, the process involves calcination at 1000°C for 6 hours, followed by wet precipitation with stirring speeds varied at 0 rpm, 250 rpm, 350 rpm, and 450 rpm. The synthesis results will be characterized using X-Ray Diffractometer (XRD) to determine purity, crystallinity, and crystal size, and Scanning Electron Microscope (SEM) to identify the morphology of hydroxyapatite. Based on the analysis, hydroxyapatite samples stirred at 350 rpm achieved the best results compared to others, with purity of 90.49%, crystallinity of 77.69%, and crystal size of 32.63 nm. SEM testing shows that stirring speed influences the synthesis of bovine bone hydroxyapatite, where higher speeds affect the crystallization process.

Keywords: Cow Bone; Hydroxyapatite; Calcination; Precipitation.

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit merupakan material biokeramik yang memiliki kesamaan struktur penyusun tulang, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai solusi perbaikan kerusakan pada tulang, meskipun jaringan tulang manusia dapat meregenerasi secara pribadi, tetapi apabila kerusakan tersebut terlalu fatal, maka pencakokkan tulang akan sulit dilakukan, sehingga penggunaan hidroksiapatit dapat menjadi solusi. Hidroksiapatit, juga dikenal sebagai kalsium fosfat, terkenal karena sifat-sifatnya yang biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif serta memiliki ketahanan yang baik (Kattimani, 2016). Untuk memperoleh hidroksiapatit murni, diperlukan proses kalsinasi yang melibatkan perlakuan panas, proses ini mengurai komponen organik dalam tulang secara termal dan menghilangkan tanda-tanda genom penyakit, sehingga meningkatkan faktor keamanan biologis yang tinggi (Afifah & Cahyaningrum, 2020).

Pada metode basah atau presipitasi memiliki beberapa keunggulan, yaitu biaya yang cukup murah, hasil sampingan pada metode ini berupa air, dan menurunkan kemungkinan kontaminasi, sehingga pada metode ini dapat menghasilkan kemurnian hidroksiapatit yang tinggi (Wahdah & Darjito 2014). Dan pada metode presipitasi ini perbedaan kecepatan pengadukan sangat berpengaruh terhadap perubahan morfologi dari material yang disintesis, seiring dengan meningkatnya kecepatan pengadukan akan meningkatkan ukuran kristal, namun pengadukan yang terlalu tinggi akan merusak struktur kristal yang terbentuk dan menurunkan kembali ukuran kristal tersebut (Rahayu, et al., 2018)

Oleh karena itu, penelitian ini dibuat dengan tujuan untuk memanfaatkan limbah tulang sapi menjadi material biokeramik hidroksiapatit sebagai solusi perbaikan tulang. Dalam memperoleh hidroksiapatit melalui proses kalsinasi dengan suhu 1000°C selama 6 jam, dan dilanjutkan dengan metode pengendapan basah atau presipitasi dengan

variasi kecepatan pengadukan 0 rpm, 250 rpm, 350 rpm, 450 rpm, untuk mendapatkan nilai kemurnian hidroksiapatit dan struktur morfologi yang maksimal.

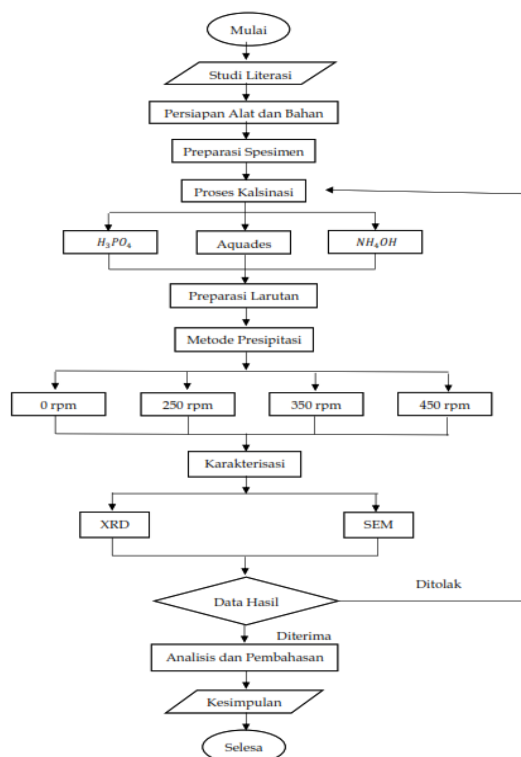
METODE

Jenis penelitian yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah penelitian eksperimen. Dalam penelitian ini peneliti akan memvariasikan kecepatan pengadukan (0 rpm, 250 rpm, 350 rpm dan 450 rpm) dalam proses pengendapan basah (presipitasi) untuk memperoleh sintesis hidroksiapatit. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap tingkat kemurnian, persentase kristalin dan ukuran kristal yang didapat.

Variabel Penelitian

- Variabel Bebas
Variasi pengadukan kecepatan 0 rpm, 250 rpm, 350 rpm, dan 450 rpm pada metode presipitasi.
- Variabel Terikat
 - Kemurnian Hidroksiapatit
 - Kristalinitas Hidroksiapatit
 - Diameter kristal Hidroksiapatit
 - Morfologi Hidroksiapatit
- Variabel Kontrol
 - Ukuran serbuk tulang sapi berukuran 100 mesh
 - Menggunakan suhu 1000°C selama 6 jam pada tahap kalsinasi
 - Pada presipitasi pengadukan selama 1 jam dan suhu 90°C.

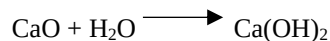
Langkah Penelitian



Gambar 1. flowchart Penelitian

Preparasi Larutan

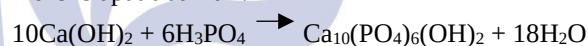
Larutan yang diperlukan untuk proses sintesis hidroksiapatit terdiri dari larutan kalsium hidroksida $Ca(OH)_2$ 1 M, Asam fosfat H_3PO_4 0,6 M, dan amonium hidroksida 1 M. Larutan kalsium hidroksida diperoleh dengan melarutkan 14,8 gram serbuk tulang sapi (CaO) dalam aquades hingga mencapai volume 200 ml. Kalsium karbonat ($CaCO_3$) yang terdapat dalam tulang sapi diubah menjadi CaO melalui proses kalsinasi, kemudian dicampurkan dengan aquades H_2O untuk bereaksi membentuk kalsium hidroksida.



Larutan asam fosfat akan dilakukan pengenceran H_3PO_4 85% sebanyak 8,1 ml dengan aquades hingga volumenya mencapai 200 ml. Untuk larutan NH_4OH yang digunakan adalah NH_4OH cair dengan konsentrasi 25%.

Sintesis Hidroksiapatit

Proses dimulai dengan menambahkan asam fosfat (H_3PO_4) dengan kalsium hidroksida ($Ca(OH)_2$) dengan laju pertambahan 5 ml/menit hingga habis. Selama pencampuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan variasi kecepatan pengadukan 0 rpm, 250 rpm, 350 rpm, 450 rpm sambil dipanaskan dengan suhu 90°C selama 1 jam. Selama proses ini, pH larutan diatur dengan meneteskan (NH_4OH) hingga mencapai nilai 11. Setelah itu, larutan diendapkan selama 24 jam, dan spesimen kemudian disaring untuk memisahkan hidroksiapatit dari air.



Alat Dan Bahan

- | | |
|-------------------------------|-----------------------------|
| - Furnace | - Tulang Sapi |
| - XRD | - Asam Fosfat (H_3PO_4) |
| - SEM | - Amonium Hidroksida |
| - Magnetic stirrer | (NH_4OH) |
| - Timbangan Digital | - Aquades |
| - Gelas Ukur | |
| - Pipet Tetes | |
| - Kertas Saring | |
| - Mortar | |
| - Penggilingan Tipe Disk Mill | |
| - Lumpang Alu | |
| - Blender | |
| - Saringan 100 mesh | |

Teknik Analisis Data

Hasil data yang didapatkan dari karakterisasi menggunakan XRD akan diolah menggunakan *software Match3* dan *Origin*. Selanjutnya, data akan disajikan dalam bentuk tabel. Dan hasil dari pengujian SEM berupa gambar morfologi dengan perbesaran 5000 kali yang akan disajikan dalam bentuk gambar. Untuk mendapatkan besaran kristalinitas dapat dilakukan analisis hasil dari pengujian xrd menggunakan *software origin* dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{fraksi luas kristalinitas}}{\text{luas difraktogram}} 100\% \quad (1)$$

Kemurnian hidroksiapatit dapat diperoleh dengan membandingkan hasil data puncak xrd dengan data JCPDS menggunakan *software match3*, puncak data hasil uji xrd pada spesimen ditentukan secara otomatis pada *software match3*. Sedangkan ukuran pada serbuk tulang sapi dapat diketahui dengan menganalisis puncak puncak pada data xrd. Untuk mendapatkan ukuran butir pada spesimen dapat menggunakan rumus sebagai berikut:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

D = ukuran kristal (nm)

K = faktor bentuk kristal (0,9-1)

λ = panjang gelombang sinar-x (0,15406 nm)

β = nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

θ = sudut difraksi (derajat)

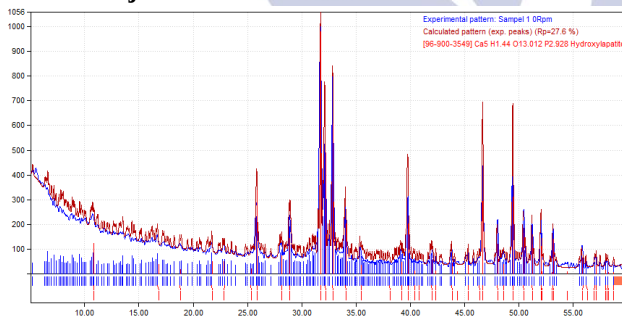
Data-data yang didapat dari eksperimen akan diolah dan dianalisis untuk mengetahui pengaruh variabel-variabel bebas yang ditentukan terhadap spesimen, data akan dianalisis menggunakan teknik T-Test.

Tabel 1. Rancangan Tabel Hasil

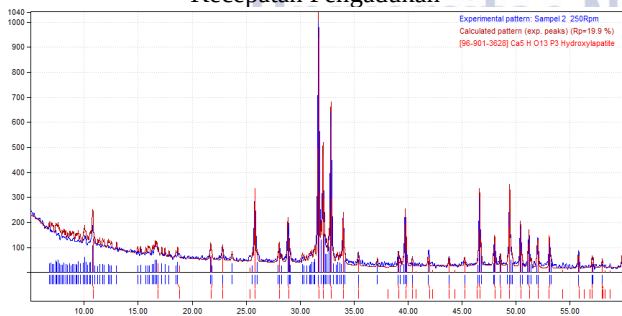
Kandungan	Kecepatan Pengadukan			
	0 Rpm	250 Rpm	350 Rpm	450 Rpm
Kemurnian (%)				
Crystallinity (%)				
Diameter (nm)				

HASIL DAN PEMBAHASAN

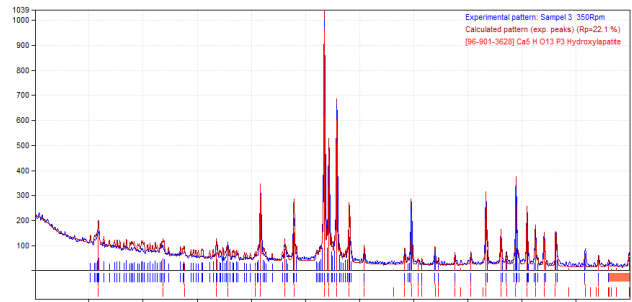
• Hasil Uji XRD



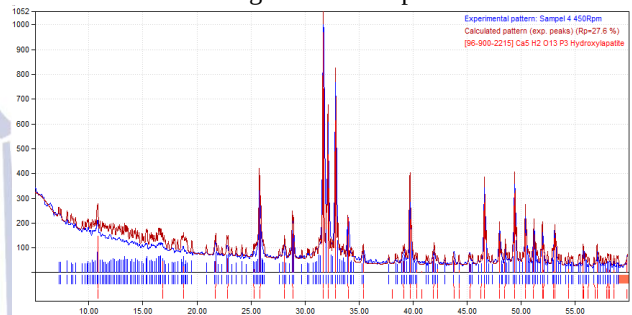
Gambar 2. Hasil Uji XRD Spesimen HAp Tanpa Kecepatan Pengadukan



Gambar 3. Hasil Uji XRD Spesimen HAp Kecepatan Pengadukan 250 rpm

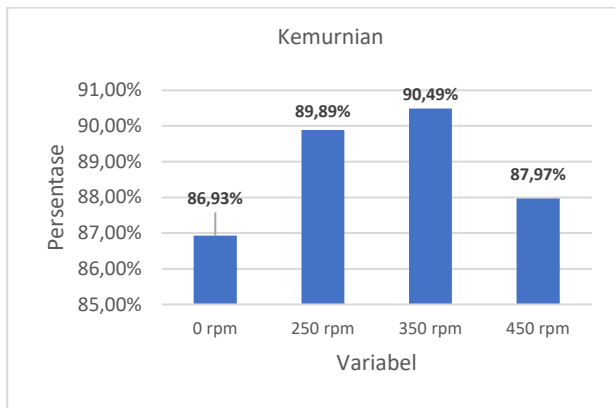


Gambar 4. Hasil Uji XRD Spesimen HAp Kecepatan Pengadukan 350 rpm



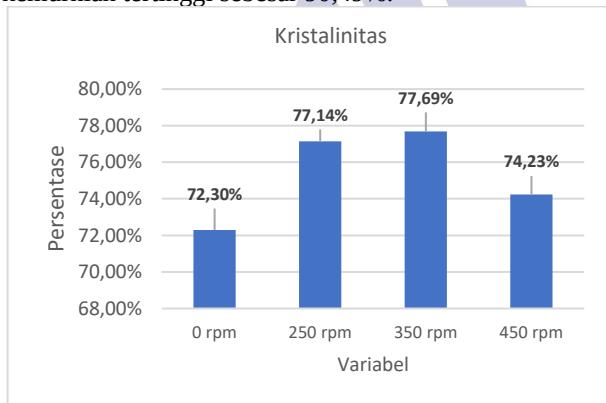
Gambar 5. Hasil Uji XRD Spesimen HAp Kecepatan Pengadukan 450 rpm

Pada gambar 2 data hasil pengujian XRD variasi tanpa kecepatan pengadukan hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,87°-58,77°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,72°. Pada gambar 3 data hasil uji XRD variasi kecepatan pengadukan 250 rpm hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,80°-58,77°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,72°. Pada gambar 4 data hasil uji XRD variasi kecepatan pengadukan 350 rpm hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,87°-58,04°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,79°. Dan pada gambar 5 data hasil uji XRD variasi kecepatan pengadukan 450 rpm hidroksiapatit pertama kali muncul pada sudut 10,87°-58,57°, dan puncak tertinggi hidroksiapatit muncul pada sudut 31,72°. Pengujian serbuk hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan spektrum XRD dengan sudut 2 Theta antara sudut 10°-60°, hasil pengujian XRD (X-Ray Diffraction) dapat dilakukan analisis untuk mengetahui kristalinitas (Crystallinity), diameter (nm), dan kemurnian (purity), dengan menganalisis titik-titik puncak menggunakan *software* Origin dan Match3 kemudian disajikan dalam bentuk grafik.



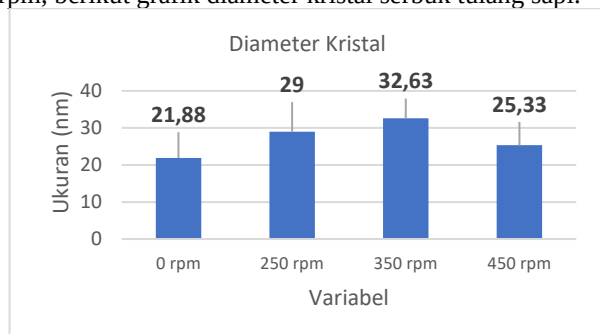
Gambar 6. Grafik Kemurnian

Berdasarkan data dari database JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) yang telah dicocokkan menggunakan *software match3*, dapat disimpulkan bahwa hidroksiapatit sintetik yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang semakin baik. Analisis grafik menunjukkan bahwa serbuk tulang sapi dengan kecepatan pengadukan 350 rpm memiliki tingkat kemurnian tertinggi sebesar 90,49%.



Gambar 7. Grafik Kristalinitas

Fasa kristalinitas apatit berpengaruh pada kekuatan mekanis material sel scaffold. Semakin tinggi tingkat kristalinitasnya, semakin besar kontribusinya terhadap kekuatan mekanik yang lebih baik (Wopenka dan Pateris, 2005). Hasil penelitian dan pada grafik diatas menunjukkan bahwa tingkat kristalinitas serbuk tulang sapi mencapai puncaknya pada kecepatan pengadukan 350 rpm, berikut grafik diameter kristal serbuk tulang sapi.



Gambar 8. Grafik Diameter Kristal

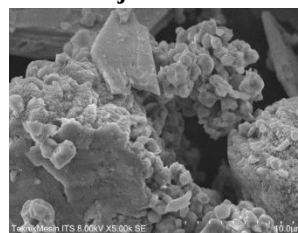
Dari hasil penelitian dan analisis grafik diatas, dapat dikatakan ukuran butir serbuk tulang sapi bertambah seiring peningkatan kecepatan pengadukan, mencapai puncaknya pada kecepatan tertentu. Seperti pada 350 rpm mendapatkan ukuran tertinggi kemudian mengalami penurunan kembali pada kecepatan 450 rpm, hal ini terjadi karena pengadukan yang terlalu tinggi akan merusak struktur kristal yang terbentuk dan menurunkan kembali ukuran kristal tersebut (Rahayu, et al., 2018).

Tabel 2. Rancangan Tabel Hasil

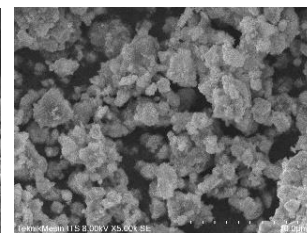
Kandungan	Kecepatan Pengadukan			
	0 Rpm	250 Rpm	350 Rpm	450 Rpm
Kemurnian (%)	86,93%	89,89%	90,49%	87,97%
Crystallinity (%)	72,30%	77,14%	77,69%	74,23%
Diameter (nm)	21,88	29	32,63	25,33

Berdasarkan hasil uji spektrum XRD (*X-Ray Diffraction*) dan dianalisis, ditemukan bahwa sampel dengan kecepatan pengadukan 350 rpm mencapai kemurnian tertinggi sebesar 90,49%, kristalinitas 77,69%, dan diameter kristal 32,63 (nm). Sedangkan hasil pengujian terendah ada pada sampel tanpa pengadukan (0 rpm) dengan nilai kemurnian 86,93%, kristalinitas 72,30% dan diameter kristal 21,88 (nm). Hal ini dikarenakan seiring dengan meningkatnya kecepatan pengadukan akan meningkatkan kemurnian, namun pengadukan yang terlalu tinggi akan merusak struktur kristal yang terbentuk. Kecepatan pengadukan pada proses presipitasi akan mempengaruhi laju reaksi, Ini disebabkan oleh percepatan tumbukan antara partikel reaktan, yang pada prosesnya memaksimalkan laju reaksi (Mubarak, et al., 2016), dengan laju tumbukan antar partikel selain meningkatkan laju reaksi mengakibatkan dinding pembatas antar partikel semakin menipis sehingga kecepatan pengadukan dapat mempercepat laju pembentukan dengan derajat penggumpalan partikel dengan bentuk aglomerasi yang bersifat reversibel atau terikat lemah sehingga pada kecepatan yang terlalu tinggi partikel dapat terdefosmasi dan menurunkan kemurnian, kristalinitas, dan ukuran kristal yang didapat.

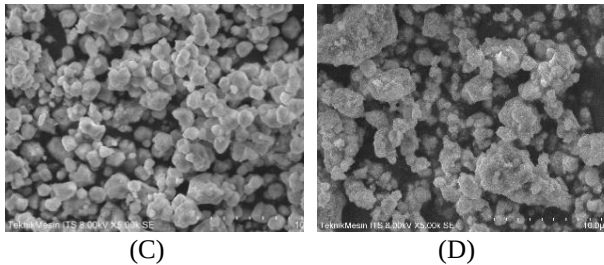
• Hasil Uji SEM



(A)



(B)



Gambar 9. Hasil uji SEM perbesaran 5000x dengan variasi pengadukan (A) tanpa pengadukan/0 rpm, (B) 250 rpm, (C) 350 rpm, (D) 450 rpm

Hasil diatas merupakan hasil uji SEM dengan perbesaran 5000x memperlihatkan perbedaan bentuk morfologi dari variasi kecepatan pengadukan pada metode presipitasi. Dari hasil pengujian SEM (scanning Electron Microscope) dapat kita amati bagaimana bentuk morfologi hidroksiapatit dari tulang sapi yang terbentuk, struktur morfologi dari hidroksiapatit diatas memiliki bentuk gumpalan kristal kecil berbentuk butiran atau disebut granular. Pada sampel tanpa pengadukan (A) dapat dilihat bentuk morfologi hap mayoritas masih berbentuk bongkahan persegi tidak beraturan akibat penumpukan zat (Hakim, 2018). Lalu pada sampel kecepatan pengadukan 250 rpm terjadi proses nukleusisasi atau pembentukan inti dimana morfologi mulai terbentuk seperti granular dengan permukaan yang kasar, implan dengan tepi tajam dapat melukai jaringan lunak di sekitar tulang dan menyebabkan peradangan pada tulang penetima (Gogo & Ngapa, 2021).

Setelah mengalami pembentukan inti, tahap selanjutnya adalah kristalisasi dimana inti yang telah terbentuk akan tumbuh menjadi kristal yang dapat kita amati pada sampel kecepatan pengadukan 350 rpm, pada sampel tersebut terlihat kristal berbentuk granular dengan permukaan yang lebih halus dengan jarak antar partikel lebih rapat dan struktur pori yang lebih teratur dengan adanya pori, dapat menjadi media untuk pembentukan dan pertumbuhan jaringan sel tulang yang baru (Zain, et al., 2020). Pada sampel dengan kecepatan pengadukan 450 rpm mengalami proses rekristalisasi dimana terdapat ikatan senyawa yang mulai lepas mengakibatkan penggumpalan kembali dengan jarak antar struktur menjadi takberaturan dan merusak struktur pori yang telah terbentuk.

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil analisis dan penelitian dari pengujian pengaruh kecepatan pengadukan dalam sintesis hidroksiapatit tulang sapi menggunakan metode presipitasi, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- Pada sampel hidroksiapatit dengan kecepatan pengadukan 350 rpm mendapatkan hasil terbaik dibandingkan sampel lainnya dengan kemurnian 90,49%, kristalinitas 77,69%, dan ukuran kristal 32,63 nm. Dapat dikatakan semakin tinggi kecepatan pengadukan semakin baik pula kemurnian, kristalinitas dan ukuran kristal yang didapat tetapi kecepatan yang

terlalu tinggi akan merusak kembali struktur kristal yang sebelumnya telah terbentuk atau terjadi proses rekristalisasi seperti pada sampel kecepatan pengadukan 450 rpm.

- Hasil uji SEM (*Scanning Electron Microscope*) menunjukkan pengaruh kecepatan pengadukan pada sintesis hidroksiapatit tulang sapi dimana seiring bertambahnya kecepatan pengadukan akan mempengaruhi proses kristalisasi. Hasil terbaik ada pada sampel kecepatan pengadukan 350 rpm dengan butiran granular yang lebih halus dan jarak antar partikel lebih rapat dengan struktur pori yang terbentuk lebih teratur.

Saran

Diperlukan penelitian lebih lanjut antara kecepatan pengadukan 350 rpm hingga 450 rpm dengan selisih dari variasi yang lebih kecil untuk mengetahui batas terbaik dari pengaruh kecepatan pengadukan.

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: 189-196.
- Afshar, A., M. Ghorbani, N. Ehsani, M.R. Saeri, dan C.C. Sorrell. 2003. *"Some important factors in the wet precipitation process of hydroxyapatite"*. *Materials and Design*. 24: 197-202.
- Cefaly, D F., Barata T, Tapety C.M, Bresciami E, and Navarro M.F. 2008. *"Clinical Evaluation of Multi-Surface ART Restorations"*. *J Minim Interv Dent*; 1(1): 52-8.
- Fadhil Mubarak, Ahmad Fadil, Fajril Akbar 2016 *"Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit Menggunakan Metode Presipitasi Dengan Pencampuran Langsung"* *Jom FTEKNIK* Vol 3, No.1. Februari 2016 niversitas Brawijaya Pekanbaru Riau 1-5.
- Jumilah Gago, Yulius Dala Ngapa 2021 *"Pemanfaatan Cangkang Telur Ayam Sebagai Material Dasar Dalam Sintesis Hidroksiapatit Dengan Metode Presipitasi Basah"* *Cakra Kimia* Vol. 8, No. 1, Universitas Flores 29-34.
- Kattimani, Kondaka, and Lingamaneni. (2016). *"Hydroxyapatite Past, Present, And Future In Bone Regeneration"*. *Bone and Tissue Regeneration Insights Journal*. 11(7): 612-179.
- Lale Budi Hutami Rahayu, Ika Oktavia Wulandari, Djoko Herry Santjojo, Akhmad Sabarudin 2011 *"Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Karakteristik Nanopartikel Fe3O4 Dengan Pelapisan Permukaan Berbasis Polivinil Alkohol Dan Glutaraldehid Sebagai Agen Crosslinker"* *NATURAL B*, Vol. 4, No. 3, Universitas Brawijaya. 128-134.
- Taufik, A., Zuhan, A., Kusdaryono, S., Rosyidi, R.M. 2017. *"Karakterisasi Hydroxyapatite Alami yang dibuat dari Tulang Sapi dan Cangkang Telur sebagai*

Bahan untuk Donor Tulang (Bone Graft)''. *Jurnal Kedokteran Unram*. 6(1): 9-13.

Ulfa Rahmayuni Zain, Lia Anggresani, Yuliana 2020 *''Pengaruh Waktu Sinteringy Tehyadap Hidroksiapatit Berpori Tulang Ikan Tenggiri Dengayn Proses Sol-Gel''* Chempublish Journal Vol. 5 No. 1, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Harapan Ibu Jambi, 46-56.

Wahdah I, Wardhani S, dan Darjito. 2014 *''Sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode pengendapan basah''*. *Kimia Student Jurnal* Vol 1, No.1. Universitas Brawijaya Malang 92-97.

Wopenka B Dan Pasteris JD. (2005). *''A Mineralogical Perspective On The Apatite In Bone''*. *Journal Of Materials Science And Engineering*. 25(2): 131-143



UNESA

Universitas Negeri Surabaya