

PENGARUH VOLUME PREKURSOR TERHADAP KEMURNIAN HIDROKSIAPATIT PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI TELUR AYAM DENGAN METODE SOL GEL

Alfian Rizka Nurfadli

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
Email: alfian.21077@mhs.unesa.ac.id

Bellina Yunitasari

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
E-mail : bellinayunitasari@unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya
E-mail : arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Limbah cangkang telur ayam ras bisa dijadikan bahan baku dalam pembuatan biomaterial hidroksiapatit karena mengandung $\pm 94\%$ asam karbonat (CaCO_3) yang merupakan bahan dasar dalam pembuatan hidroksiapatit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh volume prekursor terhadap kemurnian hidroksiapatit hasil sintesis dari cangkang telur ayam ras dengan metode *sol gel*. Penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan volume prekursor H_3PO_4 (10, 25, 50, 75 ml). Hasil dari penelitian dikarakterisasi dengan menggunakan uji XRD (*X-ray Diffraction*) dan uji SEM (*Scanning Electron Microscope*). Dari pengujian XRD sampel dengan volume prekursor H_3PO_4 25 ml paling baik karena memiliki kemurnian 84 % dan tingkat kristalinitas 89,9 %. Sedangkan dari uji SEM didapatkan bahwa adanya perubahan bentuk granular dan celah antar partikel semakin renggang seiring bertambahnya volume H_3PO_4 .

Kata Kunci: Cangkang Telur Ayam Ras, Hidroksiapatit, *Sol Gel*, Prekursor.

Abstract

*Chicken eggshell waste can be used as raw material for making hydroxyapatite biomaterial because it contains $\pm 94\%$ carbonic acid (CaCO_3) which is the basic material for making hydroxyapatite. This research aims to determine the effect of precursor volume on the purity of hydroxyapatite synthesized from purebred chicken egg shells using the sol gel method. This research was carried out by varying the volume of H_3PO_4 precursor (10, 25, 50, 75 ml). The results of the research were characterized using the XRD (*X-ray Diffraction*) test and the SEM (*Scanning Electron Microscope*) test. From the XRD testing, the sample with a H_3PO_4 precursor volume of 25 ml was the best because it had a purity of 84% and a crystallinity level of 89.9%. Meanwhile, from the SEM test, it was found that there was a change in the granular shape and the gaps between the particles became wider as the volume of H_3PO_4 increased.*

Keywords: *Purebred Chicken Egg Shell, Hydroxyapatite, Sol Gel, Precursor.*

Universitas Negeri Surabaya

PENDAHULUAN

Menurut BPS (Badan Pusat Statistik) produksi telur ayam petelur mencapai 5,56 juta ton di tahun 2022. Angka ini jauh lebih meningkat dibandingkan tahun 2021 yang hanya mampu produksi 5,15 juta ton. Selama ini, telur dikonsumsi hanya bagian dalamnya saja, yakni putih dan kuning telur, bagian cangkang telurnya sebagian kecil dimanfaatkan kerajinan tangan dan sisanya hanya terbuang begitu saja menjadi limbah. Cangkang telur diketahui memiliki kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) $\pm 94\%$. Oleh karena itu, menurut Jasinda pemanfaatan kulit telur yang sangat melimpah jumlahnya sebagai raw material pada pembuatan material yang memerlukan kalsium tinggi seperti hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6$

$(\text{OH})_2$), merupakan usaha yang cukup relevan, guna meningkatkan nilai ekonomi kulit telur dan mengurangi beban lingkungan (Yahya et al., 2016). Hidroksiapatit merupakan komponen utama penyusun tulang.

Tulang merupakan salah satu bagian yang terpenting dalam tubuh. Fungsi tulang sendiri adalah sebagai kerangka, penopang tubuh manusia dan tempat melekatnya otot, sehingga tubuh dapat bergerak maksimal (Triono, 2015). Bukan hanya itu, beberapa tulang juga berfungsi untuk melindungi organ dalam. Seperti tulang tengkorak yang berfungsi untuk melindungi otak dari benturan luar, tulang rusuk yang melindungi organ paru-paru dan lain sebagainya. Oleh sebab itu, tulang menjadi sangat vital jika terjadi kerusakan.

Penyebab kematian terbesar ketiga di Indonesia, setelah penyakit jantung koroner dan tuberkulosis, adalah trauma patah tulang.(Qasanah & Winarto, 2023). Hal itu bisa terjadi karena penggunaan kendaraan bermotor yang cukup tinggi dan juga seringnya bencana alam yang melanda di Indonesia. Untuk mengurangi terjadinya kematian akibat fraktur, maka perlu penanganan serius terhadap penyembuhan akibat trauma patah tulang. Salah satu metode yang digunakan adalah dengan menggunakan biomaterial hidroksiapatit untuk perbaikan jaringan tulang.

Hidroksiapatit, HAp ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) memiliki kemiripan dengan komponen mineral anorganik tulang dan gigi karena sekitar 65% mineral anorganik tulang tersusun atas Hap (Suci & Dala Ngapa, 2020). Menurut Rachmantio dan Irfa'i senyawa ini diketahui baik pada bidang biomedis karena memiliki struktur kristal dan susunan komponen mineral dengan tingkat kemiripan yang tinggi pada tulang manusia (Amrullah & Irfa'i, 2023).

HAp dapat disintesis dengan beberapa metode, antara lain hidrotermal, sol gel, metode kering dan metode presipitasi basah(Cahyaningrum et al., 2018). Dalam penelitian ini akan menggunakan metode sol-gel karena memiliki beberapa kelebihan diantaranya dapat mengontrol komposisi secara presisi, menggunakan temperatur rendah, memiliki kemurnian dan homogenitas yang tinggi (Candra Pinangsih et al., 2014).

Banyak para ilmuwan yang meneliti terkait dengan parameter sintesis senyawa hidroksiapatit diantaranya jenis polimer yang digunakan, konsentrasi dan volume prekursor, laju penetesan H_3PO_4 , dan metode aktivasi mekanokimia. Volume konsentrasi larutan prekursor memiliki pengaruh signifikan terhadap kemurnian HAp. Konsentrasi kalsium dan fosfat dalam larutan prekursor harus dijaga dengan cermat untuk menghasilkan HAp murni. Konsentrasi yang kurang tepat dapat menyebabkan terbentuknya fase-fase kristal lain selain HAp, mengurangi kemurnian produk akhir. Sebaliknya, konsentrasi yang tepat memastikan pembentukan HAp murni (Pal et al., 2017). Selain itu, volume konsentrasi larutan prekursor juga memiliki dampak signifikan pada morfologi HA. Konsentrasi yang berbeda dapat memengaruhi ukuran butiran HAp, bentuk kristal, dan struktur permukaan HAp yang dihasilkan. Pada penelitian ini, akan menggunakan parameter konsentrasi dan volume prekursor, namun yang membedakan dengan penelitian-penelitian yang sebelumnya terletak pada bahan dasar pembuatannya, yaitu menggunakan cangkang telur ayam.

METODE

Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan jenis penelitian eksperimen (experimental research), yaitu mencari hubungan sebab akibat dari beberapa variabel yang mempengaruhi. Pada percobaan ini, peneliti melakukan variasi volume prekursor untuk mengetahui pengaruh dari prekursor tersebut, sehingga didapatkan volume yang paling optimal dalam sintesis hidroksiapatit dengan metode *sol gel*.

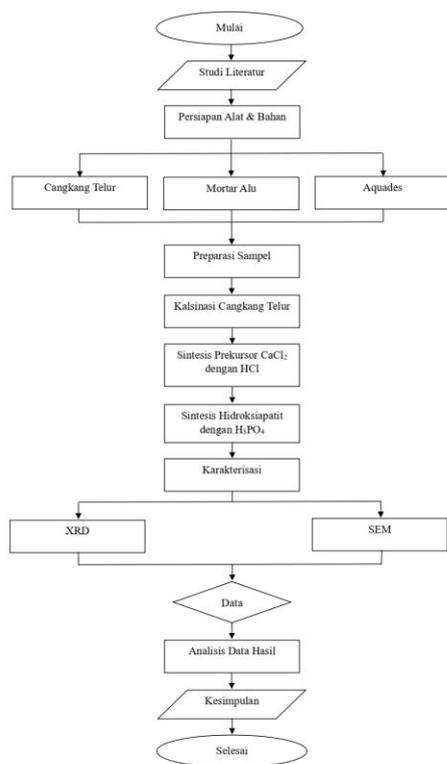
Variabel Penelitian

- **Variabel Bebas**
Penelitian ini menggunakan variabel bebas volume HCL (30, 40, 50 dan 75 ml) dan volume H_3PO_4 (10, 25, 50 dan 75 ml).
- **Variabel Terikat**
Variabel terikat dalam penelitian ini adalah nilai kemurnian material penyusun hidroksiapatit, morfologi dari hidroksiapatit dan massa CaCl_2 .
- **Variabel Kontrol**
Variabel kontrol dari penelitian ini meliputi suhu kalsinasi pada 1000°C , waktu pada proses kalsinasi selama 6 jam, Kecepatan pengadukan pada *magnetic stirrer*, Kecepatan pentetesan H_3PO_4 .

Alat dan Bahan Penelitian

- **Alat Penelitian**
Dalam penelitian ini menggunakan beberapa alat meliputi mortar alu, furnace, oven, gelas arloji, neraca analitik, infus, *magnetic stirrer*, labu takar, gelas ukur, corong gelas, gelas kimia, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur, erlenmeyer, kertas saring *whatman*, digital thermometer, perangkat uji XRD dan perangkat uji SEM
- **Bahan Penelitian**
Dalam penelitian ini menggunakan beberapa bahan yang meliputi cangkang telur ayam, akuades, asam fosfat (H_3PO_4), asam klorida (HCl).

Alur Penelitian



Gambar 1. Flowchart Penelitian

- **Preparasi Sampel**

Sampel pada penelitian ini terbuat dari cangkang telur ayam. Mula-mula cangkang kulit yang sudah dipersiapkan, dicuci dengan menggunakan aquades. Kemudian dikeringkan selama 5 hari sampai benar-benar kering. Cangkang telur yang sudah kering dihaluskan dengan menggunakan alu sampai halus seperti tepung. Kemudian disaring menggunakan saringan 100 mesh.

- **Proses Kalsinasi**

Tahap selanjutnya adalah tahap kalsinasi. Di tahap ini kalsium karbonat (CaCO_3) mengalami reaksi dekomposisi menjadi kalsium oksida (CaO) seperti persamaan dibawah ini.



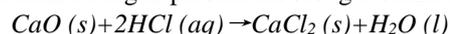
Tepung cangkang telur dari penyimpanan di kalsinasi dalam furnace atau tungku listrik pada temperatur 1000°C selama 6 jam hingga menjadi CaO . Setelah menjadi abu, kemudian diayak dengan menggunakan ayakan.

- **Sintesis Prekursor CaCl_2 dengan HCl**

Pada tahap sintesis prekursor CaCl_2 dilakukan dengan memvariasikan parameter volume HCl . Larutan HCl dibuat dengan konsentrasi 1M sejumlah 30, 40, 50, dan 75 mL dengan pelarut aquades.

Langkah-langkah sintesis CaCl_2 dilakukan dengan cara tepung cangkang telur hasil dari kalsinasi di masukkan kedalam gelas kimia. Kemudian memasukkan larutan HCl sesuai dengan parameter yang sudah direncanakan diatas. Larutan

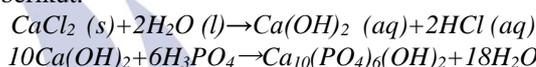
dipanaskan sambil diaduk. Pada tahap ini terjadi reaksi kimia dengan persamaan sebagai berikut.



Dari proses tersebut akan didapatkan endapan. Lalu saring endapan tersebut dan keringkan didalam oven. Timbang dan catat endapan CaCl_2 yang sudah kering. Endapan CaCl_2 yang dihasilkan dari parameter diatas, diambil yang memiliki jumlah paling banyak dan pengotor paling sedikit untuk digunakan sebagai bahan prekursor sintesis hidroksiapatit.

- **Sintesis Hidroksiapatit dengan H_3PO_4**

Pada tahap sintesis hidroksiapatit dibuat dengan memvariasikan parameter volume H_3PO_4 . Larutan H_3PO_4 dibuat dengan konsentrasi 0,1 M sebanyak 10, 25, 50, dan 75 mL. Pada tahap ini terjadi reaksi kimia dengan persamaan sebagai berikut.



Langkah-langkah sintesis hidroksiapatit dilaksanakan dengan pencampuran antara CaCl_2 yang didapat pada tahap sebelumnya yang memiliki kualitas paling baik dengan H_3PO_4 . CaCl_2 sebesar 0,18; 0,464; 0,926; 1,39 gram dilarutkan dengan etanol 96% sebanyak 50 mL ke dalam gelas kimia yang sudah disediakan. Larutan H_3PO_4 dibuat dengan parameter yang sudah direncanakan diatas, lalu dimasukkan kedalam infus dan diteteskan ke dalam gelas kimia yang berisi CaCl_2 dengan laju alir 100 mL/jam sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Larutan CaCl_2 0,18 gram untuk larutan H_3PO_4 10 mL, 0,464 gram untuk 25 mL, 0,926 gram untuk 50 mL, dan 1,39 gram untuk 75 mL. Larutan campuran tersebut dipanaskan sampai temperature 120°C sampai pekat dan diamkan selama 1 hari. Selanjut dipanaskan kembali pada temperature yang sama sambil diaduk sampai terbentuk gel. Gel yang sudah jadi dikeringkan didalam oven sampai temperature 85° hingga kering, yaitu ketika sampai mencapai berat konstan. Setelah itu dikalsinasi dalam *furnance* pada temperatur 550°C selama 6 jam sehingga gel tersebut menjadi padatan hidroksiapatit. Padatan hidroksiapatit ditimbang dan dicatat massanya.

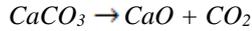
- **Karakterisasi**

Padatan hidroksiapatiti dari proses sebelumnya dimasukkan kedalam wadah sampel untuk di uji menggunakan XRD (X-Ray Diffraction), dan SEM (Scanning Electron Microscope). Uji XRD untuk mengetahui kemurnian, komposisi, kritanitas, dan struktur. Uji SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan pengaruh dari volume larutan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Penelitian

Bubuk cangkang telur yang telah dihaluskan dan disaring, dilakukan proses kalsinasi. Proses kalsinasi berfungsi untuk mengeliminasi komponen organik dan mengkonversi senyawa kalsium karbonat (CaCO_3) menjadi kalsium oksida (CaO) yang digunakan untuk prekursor kalsium (Sri Wardani & Fadli, 2015).

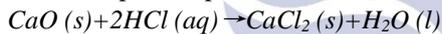


Pada gambar 2 terlihat cangkang telur yang belum dikalsinasi berwarna putih kecoklatan, sedangkan yang sudah dikalsinasi berwarna putih. Menurut (Imkm Putkham et al., 2022), hal itu disebabkan karena pembentukan kalsium oksida, kotoran dan bahan organik lainnya hilang, sehingga didapatkan produk yang lebih murni.



Gambar 2. Bubuk cangkang telur sebelum dan sesudah dikalsinasi.

Kalsium karbonat (CaO) yang terbentuk, kemudian direaksikan dengan asam klorida (HCl) dengan berbagai variasi volume (30, 40, 50, dan 75 mL) dan konsentrasi 1 M untuk memperoleh prekursor CaCl_2 .



Berdasarkan persamaan reaksi diatas, maka diperoleh massa CaCl_2 yang tersaji pada tabel 1.

Tabel 1. Massa CaCl_2 yang terbentuk.

No	Volume HCl (ml)	Massa CaCl_2 yang terbentuk (gram)
1	30	2,438
2	40	2,347
3	50	1,382
4	75	0,109

Dari data tabel 1 menunjukkan bahwa semakin naik volume HCl yang direaksikan, maka CaCl_2 yang terbentuk semakin kecil. Hal ini disebabkan karena sifat CaCl_2 yang sangat larut dalam air. Peningkatan volume larutan HCl akan meningkatkan total volume air dalam sistem, sehingga CaCl_2 lebih cenderung tetap dalam bentuk terlarut daripada mengendap atau dikristalkan.

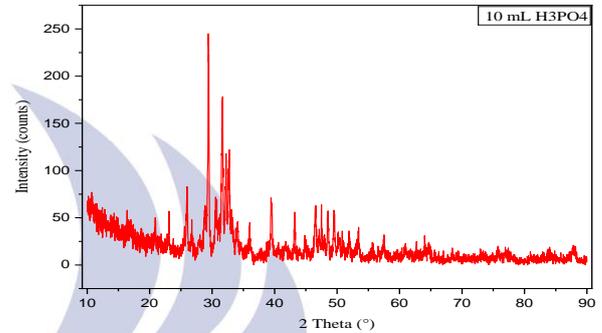
CaCl_2 yang terbentuk, direaksikan dengan asam fosfat (H_3PO_4) dengan konsentrasi 0,1 M dan berbagai variasi volume (10, 25, 50 dan 75 ml) menggunakan metode sol-gel. Hasil produk yang terbentuk berupa padatan hidroksiapatit.



Selanjutnya dilakukan uji XRD pada produk hasil penelitian untuk menganalisis kristalinitas, kemurnian dan ukuran partikelnya dan uji SEM untuk melihat struktur morfologinya.

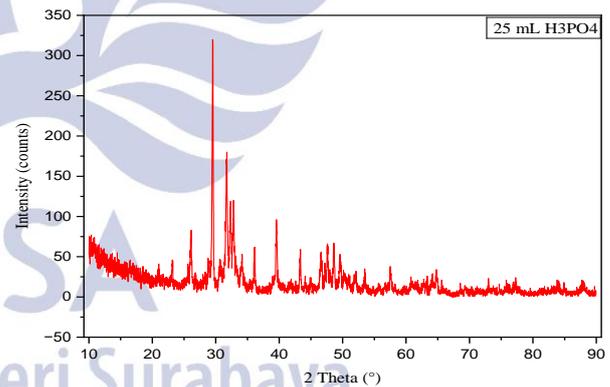
• Hasil Pengujian XRD (X- Ray Diffraction)

Hasil uji XRD (X- Ray Diffraction) dianalisis menggunakan software *Match!* untuk mengetahui pola difraksi sinar-X pada material tersebut. Data hasil penelitian akan dibandingkan dengan data yang telah dimiliki software *Match!*, sehingga dapat diketahui fasa yang terdapat pada suatu material. Dibawah ini merupakan hasil dari pengujian XRD.



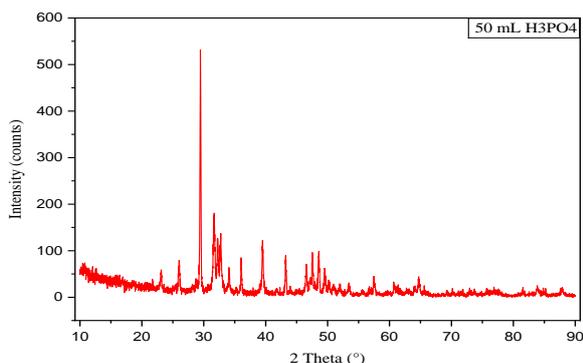
Gambar 3. Hasil XRD dengan H_3PO_4 10 ml

Pada gambar 3 merupakan hasil pengujian XRD hidroksiapatit dengan volume H_3PO_4 10 mL. Dapat terlihat puncak pertama pada sampel muncul pada sudut $10,09^\circ$ dan puncak tertinggi terdapat pada sudut $29,39^\circ$.



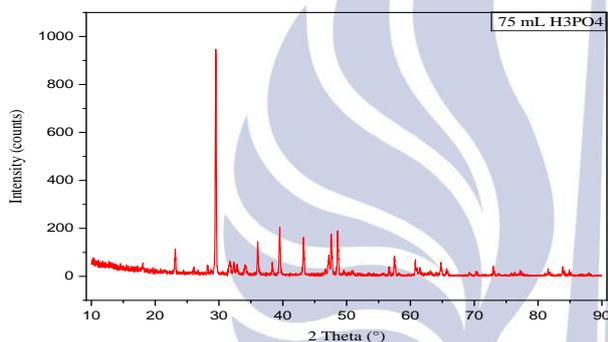
Gambar 4. Hasil XRD dengan H_3PO_4 25 ml

Pada gambar 4 merupakan hasil pengujian XRD hidroksiapatit dengan volume H_3PO_4 25 mL. Dapat terlihat puncak pertama pada sampel muncul pada sudut $10,05^\circ$ dan puncak tertinggi terdapat pada sudut $29,51^\circ$.



Gambar 5. Hasil XRD dengan H₃PO₄ 50 ml

Pada gambar 5 merupakan hasil pengujian XRD hidroksiapatit dengan volume H₃PO₄ 50 mL. Dapat terlihat puncak pertama pada sampel muncul pada sudut 23,15° dan puncak tertinggi terdapat pada sudut 29,45°.



Gambar 6. Hasil XRD dengan H₃PO₄ 10 ml

Pada gambar 6 merupakan hasil pengujian XRD hidroksiapatit dengan volume H₃PO₄ 75 mL. Dapat terlihat puncak pertama pada sampel muncul pada sudut 23,23° dan puncak tertinggi terdapat pada sudut 29,49°.

Dari data XRD diatas semuanya memiliki puncak yang relatif sama, yaitu pada sudut 29°. Menurut (Munasir et al., 2012), unsur oksida kalsit (CaCO₃) memiliki puncak intensitas di sudut 2 theta sekitar 29°. Namun dari data XRD diatas juga memiliki puncak di sudut 31,7°. Menurut (Suryadi., 2011), hasil sintesis hidroksiapatit memperlihatkan puncak tertinggi pada sudut 2 theta sekitar 31,70°-32,84° dengan intensitas tertinggi sebesar 1000. Ini menunjukkan bahwa sampel kulit telur yang diuji terbentuk hidroksiapatit meskipun masih banyak pengotor kalsit dan unsur-unsur lainnya. Dari data XRD tersebut dapat dianalisis sebagai berikut.

- **Kristalinitas**

Persentase kristalinitas merupakan parameter penting yang akan berpengaruh pada sifat fisik dan kinerjanya. Untuk menghitung nilainya dapat menggunakan rumus berikut.

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

Rumus tersebut dapat digunakan dengan bantuan software origin. Hasil uji sampel XRD di masukkan dalam software origin sehingga didapatkan data berikut.

Tabel 2. Hasil perhitungan kristalinitas

No	Volume H ₃ PO ₄	Kristalinitas
1	10 ml	91,70%
2	25 ml	89,90%
3	50 ml	34,80%
4	75 ml	24,40%

- **Ukuran Partikel**

Untuk menentukan ukuran partikel dari hidroksiapatit hasil sintesis dapat dilakukan dengan cara menganalisis puncak-puncak pada hasil uji XRD. Dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*, dapat diketahui ukuran partikel dari hidroksiapatit yang terbentuk. Berikut ini adalah rumus *Debye Scherrer*.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

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)

Berikut merupakan hasil perhitungan untuk menentukan ukuran partikel hidroksiapatit yang terbentuk.

Tabel 3. Hasil perhitungan ukuran partikel.

No	Volume H ₃ PO ₄	Ukuran Partikel (nm)
1	10 ml	95,3
2	25 ml	72,1
3	50 ml	57,5
4	75 ml	42,7

- **Kemurnian**

Tingkat kemurnian suatu material harus diperhatikan karena akan berpengaruh pada kualitas produk. Untuk menghitung tingkat kemurnian hidroksiapatit perlu menggunakan bantuan software *match!*. Berikut adalah hasil olah data dengan software *match!*.

Color	Entry	Formula	Matched phase	Quant. (%)
Green	96-901-1092	Ca ₅ H O ₁₃ P ₃	Hydroxylapatite	64.3
Red	96-901-6201	C Ca O ₃	Calcite	35.7

Gambar 7. Data XRD H₃PO₄ volume 10 ml yang diolah dengan software *Match!*

Dari gambar 7 diperoleh hidroksiapatit yang terbentuk memiliki tingkat kemurnian 64,3%.

Color	Entry	Formula	Matched phase	Quant. (%)
Green	96-901-1092	Ca ₅ H O ₁₃ P ₃	Hydroxylapatite	84.0
Red	96-901-6201	C Ca O ₃	Calcite	16.0

Gambar 8. Data XRD H₃PO₄ volume 25 ml yang diolah dengan software *Match!*

Dari gambar 8 diperoleh hidroksiapatit yang terbentuk memiliki tingkat kemurnian 84,0%.

Color	Entry	Formula	Matched phase	Quant. (%)
Green	96-901-1092	Ca ₅ H O ₁₃ P ₃	Hydroxylapatite	85.9
Red	96-901-6201	C Ca O ₃	Calcite	14.1

Gambar 9. Data XRD H₃PO₄ volume 50 ml yang diolah dengan software *Match!*

Dari gambar 9 diperoleh hidroksiapatit yang terbentuk memiliki tingkat kemurnian 85,9%.

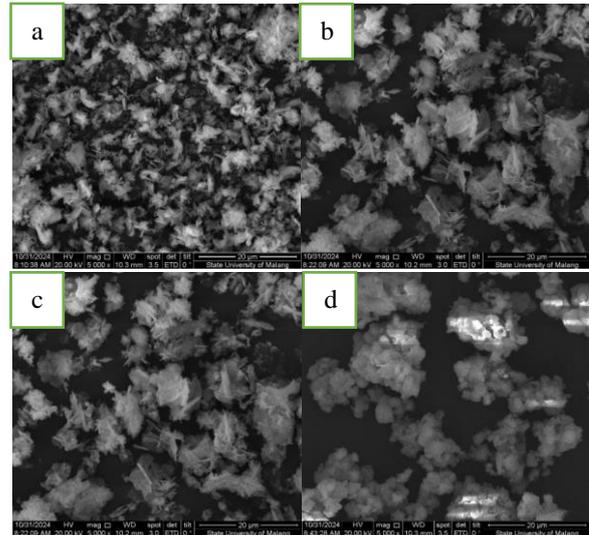
Color	Entry	Formula	Matched phase	Quant. (%)
Green	96-901-1092	Ca ₅ H O ₁₃ P ₃	Hydroxylapatite	56.8
Red	96-901-6201	C Ca O ₃	Calcite	43.2

Gambar 10. Data XRD H₃PO₄ volume 75 ml yang diolah dengan software *Match!*

Dari gambar 10 diperoleh hidroksiapatit yang terbentuk memiliki tingkat kemurnian 56,8%.

- Hasil Uji SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari sampel. Berikut ini merupakan hasil pengujian sampel kulit telur ayam dengan variasi volume H₃PO₄ dengan metode *sol-gel*.



Gambar 11. Hasil Karakterisasi SEM perbesaran 5000x, dari kiri sampel volume H₃PO₄ 10 ml, H₃PO₄ 25 ml, H₃PO₄ 50 ml dan H₃PO₄ 75 ml

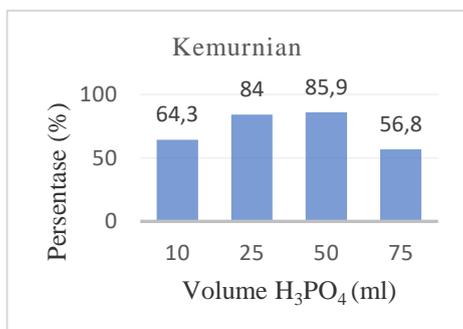
Gambar 11 merupakan hasil uji SEM dengan perbesaran 5000 kali pada masing-masing sampel. Gambar (a) terlihat bahwa mikrostruktur yang terbentuk mulai menunjukkan butiran-butiran partikel. Batas butir partikel yang terbentuk belum terlalu jelas serta adanya proses *diaglomerasi* atau berbentuk gumpalan di beberapa bagian. Celah-celah antar partikel cenderung rapat. Gambar (b) mikrostruktur yang terlihat berbentuk butiran granular dengan celah antar partikel semakin renggang. Gambar (c) memperlihatkan terdapat partikel granular dengan celah partikel lebih renggang dari pada gambar (b). Gambar (d) menunjukkan partikel-partikel berbentuk granular, celah partikel bertambah semakin renggang dibandingkan gambar-gambar sebelumnya.

Pada penelitian yang dilakukan (Pratama & Irfa'i, 2023), bentuk morfologi dari sampel dengan nilai kemurnian dan kristalinitas terbaik memiliki bentuk granular mendekati bola dengan jarak antar partikel rapat.

Pembahasan

- Kemurnian

Menurut (Yusuf et al., 2020), tingkat kemurnian hidroksiapatit sangat penting untuk biokompatibilitas dan efektivitasnya dalam aplikasi biomedis, karena kotoran dapat mempengaruhi kinerja dan stabilitas biologisnya.

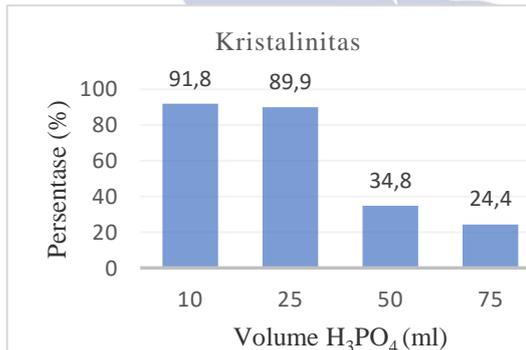


Gambar 12. Grafik Kemurnian Hidroksiapatit

Dari gambar 12 terlihat bahwa hasil hidroksiapatit kulit telur ayam dengan variasi volume H₃PO₄ 50 ml memiliki tingkat kemurnian yang paling tinggi yaitu 85,9%. Disisi lain terlihat H₃PO₄ dengan volume 75 ml memiliki persentase paling kecil yaitu 56,8%. Hal ini disebabkan karena jumlah ion fosfat pada 10 ml terlalu sedikit dan sebaliknya, pada volume 75 ml terlalu banyak sehingga kurang optimal dalam pembentukan partikel.

- Kristalinitas

Dari hasil penelitan dengan menggunakan uji XRD (*X-Ray Diffraction*) didapatkan bahwa persentase tertinggi ditunjukkan pada volume H₃PO₄ 10 ml dengan persentase sebesar 91,8%, sedangkan yang paling rendah terdapat pada H₃PO₄ dengan volume 75 ml dengan persentase sebesar 24,4%. Hal tersebut bisa dilihat pada gambar 13.



Gambar 13. Grafik Kristalinitas Hidroksiapatit

Dari data grafik gambar 13 terlihat bahwa semakin tinggi volume, akan menurunkan kristalinitas hidroksiapatit. Hal ini disebabkan karena laju nukleasi yang meningkat, sehingga menghasilkan inti kristal yang banyak dalam waktu singkat dan akan berdampak menghambat pertumbuhan kristal yang teratur. Akibatnya akan menghasilkan struktur amorf dan menurunkan kristalinitas.

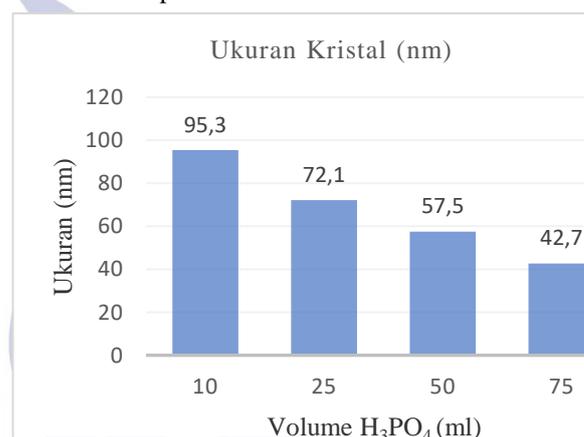
Menurut (Rosa et al., 2022), dengan kristalinitas yang tinggi pada hidroksiapatit akan meningkatkan bioaktivitas, hal ini disebabkan karena peningkatan luas permukaan spesifik dan

pelepasan ion. Selain itu, kristalinitas juga mempengaruhi biokompatibilitas, osteokonduktivitas, dan pertumbuhan jaringan, membuatnya sangat vital bila di aplikasikan dalam biomaterial dan biokomponen.

Fasa kristalinitas apatit dan kekuatan mekanis material perancah (*sel scaffold*) saling berkorelasi. Hal itu disebabkan karena dengan keteraturan struktur kristal pada susunan atom, akan berkontribusi pada stabilitas material dan ketahanan terhadap deformasi (Wopenka & Pasteris, 2005).

- Ukuran Partikel

Dari hasil penelitian dengan uji XRD dapat dilakukan analisis untuk mengetahui ukuran partikel dan diameter (nm) sampel bubuk kulit telur ayam. Grafik ukuran partikel bisa dilihat dibawah ini.



Gambar 14. Ukuran butir hidroksiapatit kulit telur ayam

Dari gambar 14 didapatkan bahwa ukuran partikel paling besar terdapat pada volume H₃PO₄ 10 ml dengan besar partikel 95,3 nm, sedangkan yang paling kecil terdapat pada volume H₃PO₄ 75 ml dengan besar partikel 42,7 nm. Dapat disimpulkan bahwa semakin besar volume H₃PO₄, maka ukuran partikel semakin kecil. Hal ini disebabkan karena dengan penambahan H₃PO₄ akan mempengaruhi pH menjadi lebih basa, sehingga meningkatkan laju nukleasi yang mengakibatkan inti partikel jauh lebih banyak dan akan memicu pembentukan partikel yang lebih kecil (Gouveia & Bressiani, 2006).

PENUTUP

Simpulan

Variasi volume HCl dengan konsentrasi tetap 1 M mempengaruhi massa CaCl₂ yang terbentuk saat direaksikan dengan CaO. Semakin tinggi volume HCl yang direaksikan, maka massa CaCl₂ semakin menurun. Hal ini disebabkan karena sifat CaCl₂ yang sangat larut dalam air. Peningkatan volume larutan HCl akan meningkatkan total volume air dalam sistem, sehingga CaCl₂ lebih cenderung tetap dalam bentuk terlarut daripada mengendap atau dikristalkan.

Variasi volume prekursor H₃PO₄ pada proses sintesis dengan metode sol-gel memiliki pengaruh pada

kemurnian, kristalinitas, dan ukuran butiran partikel hidroksiapatit yang diproduksi. Dari pengujian XRD sampel dengan volume prekursor H_3PO_4 25 ml paling optimal karena memiliki kemurnian 84 % dan tingkat kristalinitas 89,9 %.

Variasi volume prekursor H_3PO_4 pada proses sintesis dengan metode sol-gel juga mempengaruhi bentuk morfologi yang diperoleh dari pengujian SEM memperlihatkan adanya perubahan bentuk granular dan celah antar partikel semakin renggang. Bentuk dan kerapatan partikel terbaik terjadi pada sampel prekursor H_3PO_4 volume 25 ml.

Saran

Pada penelitian yang dilakukan masih terdapat banyak pengotor. Perlu memperhatikan/mengontrol variabel-variabel lain seperti suhu, pH dan lain-lain karena akan berpengaruh pada hasil hidroksiapatit yang diperoleh.

DAFTAR PUSTAKA

- Amrullah, A. H., & Irfa'i, M. A. (2023). *Pengaruh Lama Waktu Pengadukan Pada Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi Untuk Aplikasi Biomaterial*.
- Cahyaningrum, S. E., Herdyastuty, N., Devina, B., & Supangat, D. (2018). Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Wet Precipitation Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 299(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/299/1/012039>
- Candra Pinangsih, A., Wardhani, S., Jurusan Kimia, D., Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, F., Brawijaya Jl Veteran Malang, U., & korespondensi, A. (2014). *Sintesis Biokeramik Hidroksiapatit ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) Dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Sol-Gel*.
- Gouveia, D. S., & Bressiani, A. H. A. (2006). *Phosphoric acid rate addition effect in the hydroxyapatite synthesis by neutralization method*. <http://www.scientific.net>
- Imkum Putkham, A., Chuakhom, S., Chaiyachet, Y., Suwansopa, T., & Putkham, A. (2022). Production of Bio-Calcium Oxide Derived from Hatchery Eggshell Waste Using an Industrial-Scale Car Bottom Furnace. *Journal of Renewable Materials*, 10(4), 1137–1151. <https://doi.org/10.32604/jrm.2022.018560>
- Munasir, Triwikantoro, Zainuri, M., & Darminto. (2012). *Uji XRD Dan XRF Pada Bahan Mineral (Batuan Dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas ($CaCO_3$ dan SiO_2)*.
- Pratama, Y., & Irfa'i, M. A. (2023). *Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi*.
- Qasanah, I., & Winarto, E. (2023). *Studi Fenomenologi : Kebutuhan Pendidikan Kesehatan Pada Pasien Fraktur Ekstremitas Atas*. In *Jurnal Ilmu Keperawatan dan Kebidanan* (Vol. 14, Issue 2).
- Rosa, A. L., Farias, L. R., Dias, V. P., Pacheco, O. B., Morisso, F. D. P., Rodrigues Junior, L. F., Sagrillo, M. R., Rossato, A., Santos, L. A. L., & Volkmer, T. M. (2022). Effect of synthesis temperature on crystallinity, morphology and cell viability of nanostructured hydroxyapatite via wet chemical precipitation method. *International Journal of Advances in Medical Biotechnology - IJAMB*, 5(1), 29–35. <https://doi.org/10.52466/ijamb.v5i1.110>
- Sri Wardani, N., & Fadli, A. (2015). Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi. In *JOM FTEKNIK* (Vol. 2, Issue 1).
- Suci, I. A., & Dala Ngapa, Y. (2020). Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit (Hap) Dari Cangkang Kerang Ale-Ale Menggunakan Metode Presipitasi Double Stirring. In *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)* (Vol. 8, Issue 2).
- Triono, P. (2015). *Aplikasi Pengolahan Citra Untuk Mendeteksi Fraktur Tulang Dengan Metode Deteksi Tepi Canny* (Vol. 9, Issue 2).
- Wopenka, B., & Pasteris, J. D. (2005). A mineralogical perspective on the apatite in bone. *Materials Science and Engineering C*, 25(2), 131–143. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2005.01.008>
- Yahya, M., Azis, Y., Zultiniar, D., Jurusan, M., Kimia, T., & Jurusan, D. (2016). Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam Melalui Proses Hidrotermal. In *Jom FTEKNIK* (Vol. 3, Issue 1).
- Yusuf, A., Muhammad, N. M., Noviyanti, A. R., & Risdiana. (2020). The Effect of Temperature Synthesis on the Purity and Crystallinity of Hydroxyapatite. *Key Engineering Materials*, 860, 228–233. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.860.228>