

PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP KEMURNIAN HIDROKSIAPATIT BERDASAR TULANG SOTONG DENGAN METODE SOL-GEL

Rahmadani Bagas Dewantara

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: rahmadani.19049@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

Hidroksiapatit, sebuah teknik biokeramik berbasis kalsium fosfat, memiliki rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dan digunakan sebagai sel scaffold. Ada sejumlah cara untuk memproduksi hidroksiapatit, termasuk proses sol-gel. Kalsium yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari tulang sotong dan diperoleh melalui proses sol-gel. Suhu dan durasi kalsinasi memiliki dampak yang signifikan terhadap kualitas produksi hidroksiapatit. Hidroksiapatit disinter selama 6,5 jam pada suhu 550 °C, 750 °C, dan 950 °C setelah dikalsinasi selama 3,5 jam pada suhu 1000 °C. Produk sintesis akan dikarakterisasi menggunakan Difraktometer Sinar-X (XRD) untuk menentukan fasenya, dan morfologinya akan diuji menggunakan Mikroskop Elektron Pemindaian (SEM). Kemurnian dan kristalinitas proses sol-gel diketahui dipengaruhi oleh variasi suhu sintering. Variasi suhu sintering selama proses sol-gel memengaruhi tingkat kemurnian dan kristalinitas hidroksiapatit yang dihasilkan. Tingkat kemurnian tertinggi sebesar 96,20% dan tingkat kristalinitas sebesar 88,20% ditemukan pada sampel dengan variasi suhu 950 menurut pengukuran XRD. Hasil uji SEM dalam penelitian ini mengungkapkan berbagai bentuk morfologi granular dan kedekatan partikel seiring dengan peningkatan variasi suhu. Sampel dengan variasi suhu 950°C memiliki bentuk dan kepadatan terbaik di antara partikel.

Kata Kunci : Hidroksiapatit, Kalsinasi, Metode Sol-Gel , Tulang Sotong.

Abstract

Hydroxyapatite, a calcium phosphate-based bioceramic technique, has the chemical formula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ and is used as a scaffold cell. There are several ways to produce hydroxyapatite, including the sol-gel process. The calcium used in this study comes from cuttlefish bone and is obtained through the sol-gel process. The calcination temperature and duration have a significant impact on the quality of hydroxyapatite production. Hydroxyapatite was sintered for 6.5 hours at 550 °C, 750 °C, and 950 °C after being calcined for 3.5 hours at 1000 °C. The synthesis products will be characterized using X-ray Diffractometer (XRD) to determine their phases, and their morphology will be examined using Scanning Electron Microscope (SEM). The purity and crystallinity of the sol-gel process are known to be affected by variations in sintering temperature. Variations in sintering temperature during the sol-gel process affect the purity and crystallinity of the resulting hydroxyapatite. The highest purity level of 96.20% and crystallinity level of 88.20% were found in samples with a temperature variation of 950 according to XRD measurements. The SEM test results in this study revealed various forms of granular morphology and particle proximity along with increasing temperature variations. Samples with a temperature variation of 950°C had the best shape and density among the particles.

Keywords : Hydroxyapatite, calcination, sol-gel method, cuttlefish.

PENDAHULUAN

Peningkatan kebutuhan material sebagai bahan implan terjadi karena perkembangan penelitian di bidang industri dan teknologi. Karena memiliki sejumlah keunggulan dibandingkan biomaterial polimer atau logam, seperti biokompatibilitas yang baik dengan sel tubuh serta tidak beracun dan tidak berbahaya bagi sel manusia, biokeramik biomaterial sintetis yang masih dikembangkan merupakan bahan implan yang terkenal dan sering digunakan (Mondal et al., 2016).

Karena patah tulang dan kerusakan gigi semakin umum terjadi, biokeramik merupakan material yang masih digunakan dalam ilmu kedokteran karena manfaatnya, terutama untuk tulang dan gigi (Sabir et al., 2021). Dengan kandungan kalsium karbonat sebesar 45,2% dan volume

EDTA sebesar 47,2 mL, persentase kalsium dalam tulang sotong adalah 18,16% (Rini et al., 2022). Salah satu biomaterial unggulan yang dapat dibuat dari unsur kalsium karbonat (CaCO_3) yang ditemukan dalam cangkang sotong untuk digunakan di bidang ortopedi adalah hidroksiapatit (Henggu et al., 2019).

Senyawa kalsium fosfat yang ditemukan dalam tulang, yang memiliki rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, kompatibel dengan hidroksiapatit, bahan biokeramik berbasis kalsium fosfat. Kedua bahan ini sangat mirip dengan senyawa anorganik, yang telah ditemukan dan dikembangkan sebagai bahan perancah tulang sejak tahun 1950. Struktur hidroksiapatit juga sebanding dengan komponen tulang. Karena sifat osteokonduktif, biokompatibel, dan

bioaktifnya yang sangat baik, hidroksiapatit juga sering disebut sebagai kalsium fosfat (Kattimani, 2016).

Dalam penelitian ini, hidroksiapatit disintesis menggunakan teknik sol-gel. Dalam prosedur sol-gel, prekursor cair diubah menjadi sol dan kemudian menjadi struktur jaringan yang dikenal sebagai "gel" untuk membuat polimer anorganik atau keramik dari larutan. Pendekatan ini digunakan karena banyak manfaatnya, termasuk produksi barang yang sangat homogen dan murni (Elma, 2018). Sifat hidroksiapatit yang ideal untuk bahan implan adalah yang memiliki rasio massa Ca/P sebesar 1,67 dan struktur kristal yang mirip dengan tulang manusia atau hewan (Rana et al. 2017).

Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh prosedur sintering terhadap sifat-sifat hidroksiapatit berbahan tulang sotong berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya. Pendekatan hidrotermal menghasilkan hidroksiapatit dengan memanaskannya hingga 200°C selama 12 jam. Setelah itu, sintering dilakukan selama satu, dua, dan tiga jam pada fluktuasi suhu 600°C, 800°C, dan 900°C. Berdasarkan hasil penelitian, peningkatan suhu disertai dengan peningkatan kristalinitas, ukuran, dan bentuk. Lebih jauh, nilai viabilitas sel yang lebih besar dari 60% menunjukkan bahwa HA tidak terpengaruh secara toksik oleh peningkatan suhu. Di sisi lain, waktu sintering yang lebih lama dapat meningkatkan kualitas mekanis HA tanpa mengubah kristalinitasnya secara signifikan.

Penjelasan ini akan digunakan untuk memandu penelitian tentang metode sol-gel untuk mengendalikan suhu sintesis guna membuat hidroksiapatit dari tulang sotong. Kalsium yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari tulang sotong. Hidroksiapatit yang dihasilkan diharapkan memiliki potensi penggunaan dalam biokeramik.

METODE

Penelitian yang dilakukan menggunakan penelitian eksperimental, Jenis penelitian ini dikenal sebagai penelitian eksperimental, yaitu teknik untuk menentukan penyebab beberapa faktor yang memengaruhi satu sama lain (Ratminingsih, 2010). Pada percobaan ini, peneliti memvariasikan variabel suhu dan waktu untuk mendapatkan suhu dan lama waktu yang optimum sintesis hidroksiapatit dengan menggunakan metode Sol-gel.

Waktu dan Tempat Penelitian

• Waktu Penelitian

Penelitian akan dilakukan setelah proposal skripsi diseminarkan dan disetujui.

• Tempat Penelitian

Pengujian kinerja mesin dilakukan di Penelitian ini akan dilakukan di beberapa tempat, diantaranya sebagai berikut:

- Laboratorium Pelapisan Logam Universitas Negeri Surabaya
- Laboratorium Analytic Universitas Negeri Surabaya

- Laboratorium material dan metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya

Variabel Penelitian

• Variabel Bebas

Menurut Sugiyono (2017) “variabel bebas adalah merupakan variabel yang mempengaruhi atau yang menjadi sebab perubahannya atau timbulnya variabel terikat. Variabel bebas merupakan variabel yang menyebabkan terjadinya perubahan sehingga akan timbul variabel independen (terikat).” Variabel independen berikut dimasukkan dalam penelitian ini:

- Variasi suhu sintering 750°C
- Variasi suhu sintering 850°C
- Variasi suhu sintering 950°C

• Variabel Terikat

Ketika terdapat variabel independen, maka akan muncul variabel dependen. Dalam penelitian ini, variabel dependen adalah:

- Uji X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM).
- Nilai morfologi kristal material yang terkandung didalam hidroksiapatit .

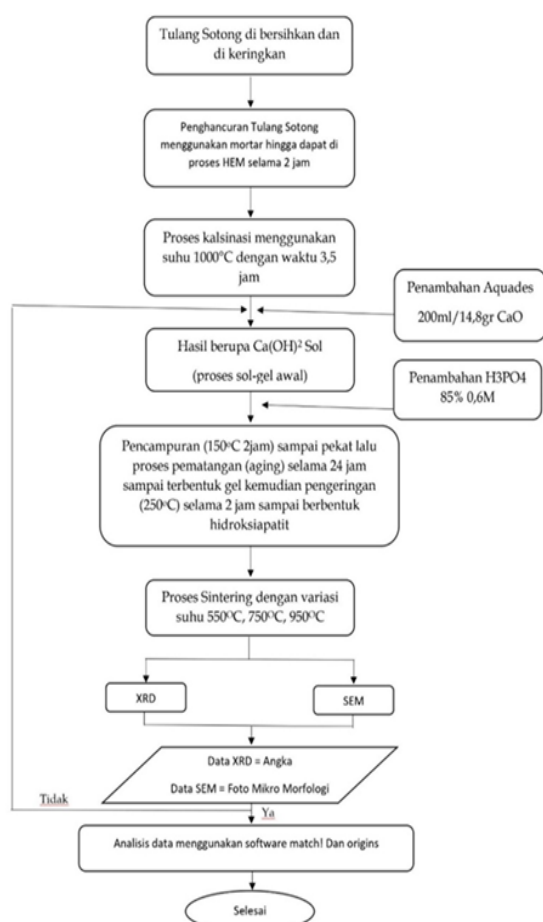
• Variabel Kontrol

Variabel kontrol yang ditetapkan untuk penelitian ini adalah :

- Bahan yang digunakan adalah tulang sotong
- Temperatur kalsinasi 1000°C
- Waktu kalsinasi 3,5 jam
- Asam fosfat (H^3PO_4)
- Aquades
- Waktu sintering selama 6,5 jam
- Metode Sol-Gel

Diagram Alur Penelitian

Diagram alir penelitian yang dilakukan untuk studi ini ditunjukkan di bawah ini:



Gambar 1. Diagram Alur Penelitian

Alat, Bahan, dan Instrumen Penelitian

• Alat

Beberapa alat yang digunakan pada pengujian kinerja mesin ialah sebagai berikut:

1. Tungku Nabertherm Furnace down untuk proses kalsinasi yang melepas CO_2 dan sintering.
2. X-ray Diffraction (XRD) Parameter kisi digunakan untuk memastikan struktur kristal, fasad, dan derajat kristalinitas.
3. Scanning Electron Microscope (SEM) Digunakan untuk membuat gambar sampel permukaan yang sangat rinci dan beresolusi tinggi.

• Bahan

Bahan yang dipakai dalam penelitian ini antara lain:

1. Tulang Sotong
2. Asam Fosfat
3. Aquades

• Instrumen Penelitian

Berikut merupakan rangkaian dari peralatan instrumen penelitian yang dipakai dalam penelitian ini:

1. Mortar alu stainless steel, untuk penghslusan tulang sotong.
2. Ayakan 200 mesh, untuk menyaring serbuk dan memisahkan serbuk yang belum halus

3. Gelas breaker, beaker berfungsi untuk proses sintesis.
4. Magnetic stirrer, untuk mengaduk dan memanaskan larutan yang akan digunakan untuk sintesis hidroksiapatit

Prosedur Penelitian

Tiga fase persiapan material, persiapan sampel, dan karakterisasi sampel akan mencakup penelitian ini. Pembuatan sampel terdiri dari sintesis hidroksiapatit dengan menggunakan metode sol-gel. Sementara untuk karakterisasi sampel terdiri dari uji XRD dan uji SEM.

• Persiapan Bahan

Persiapan bahan dimulai dengan membilas tulang sotong dengan air dan menyisir hingga lapisannya terpisah. Tulang sotong kemudian dijemur dibawah sinar matahari selama 24 jam. Tulang sotong yang kering akan dihaluskan menggunakan mortar dan diayak dengan ayakan 200 mesh. Tulang sotong digiling lagi dengan ball milling selama 18 jam agar massa partikel berkurang menjadi ukuran yang lebih kecil lagi.

• Pembuatan Sample

Proses sol-gel melibatkan langkah-langkah berikut untuk persiapan sampel: hidrolisis, kondensasi, verifikasi (penuaan), dan pengeringan. Langkah pertama yaitu melakukan proses hidrolisis dengan mencampurkan kalsium hidroksida dan asam fosfat menggunakan magnetic stirrer selama 2 jam agar sampel tercampur secara homogen. Langkah kedua yaitu kondensasi, terjadi transisi dari sol menjadi gel ketika dipanaskan pada suhu 150°C sampai pekat. Fasa anatase dalam keadaan amorf terbentuk. Langkah ketiga yaitu pematangan gel yang dibentuk (aging) dengan mendinginkan gel selama 24 jam. Jaringan gel yang kuat tercipta selama proses ini, dan berkontraksi dalam larutan. Langkah keempat atau tahap pengeringan dilakukan pada suhu 250°C kemudian diperoleh serbuk hidroksiapatit (HA). Kemudian melakukan proses sintering pada variasi suhu 550°C , 750°C , dan 950°C selama 6,5 jam.

Tabel 1 Perhitungan jumlah sampel sintesis hidroksiapatit

Sampel	Suhu Sintering ($^\circ\text{C}$)
A	750°C
B	850°C
C	950°C
D	Sebelum sintering (kontrol)

• **Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)**

1. **Persiapan Sampel:**
 - a. Sampel harus dalam bentuk padat dan seringkali dihaluskan menjadi bubuk halus untuk analisis.
 - b. Sampel ditempatkan dalam holder khusus yang biasanya terbuat dari kaca kuarsa atau bahan lain yang tidak menyerap sinar-X.
 - c. Sampel harus datar dan rata pada permukaannya untuk meminimalkan gangguan pada pola difraksi.
2. **Penyesuaian Alat:**
 - a. Sumber sinar-X (biasanya berbentuk tabung) diarahkan ke sampel.
 - b. Detektor sinar-X disusun sedemikian rupa sehingga dapat menangkap sinar-X yang dipantulkan oleh sampel dengan berbagai sudut (2θ).
 - c. Detektor biasanya bergerak mengelilingi sampel untuk mengumpulkan data dari berbagai sudut pencatatan (difraksi).
3. **Pengukuran Pola Difraksi:**
 - a. Alat XRD akan memindai sudut 2θ yang berbeda untuk mendapatkan data difraksi pada berbagai sudut.
 - b. Setiap sudut 2θ akan memberikan informasi tentang panjang gelombang sinar-X yang terdispersi oleh kristal dalam sampel.
 - c. Data ini direkam dalam bentuk pola difraksi yang menunjukkan intensitas difraksi (y-axis) versus sudut 2θ (x-axis).
4. **Analisis Pola Difraksi:**
 - a. Pola difraksi yang dihasilkan dapat dibandingkan dengan database pola difraksi bahan kristal yang sudah diketahui.
 - b. Dari pola difraksi, Anda dapat menentukan jenis kristal yang ada dalam sampel, parameter kisi kristal, dan orientasi kristal.
 - c. Pola difraksi juga dapat digunakan untuk menghitung parameter lain seperti ukuran butir kristal dan tegangan dalam kristal.
5. **Interpretasi Hasil:**
 - a. Hasil analisis pola difraksi digunakan untuk mengidentifikasi komposisi dan struktur kristal dalam sampel.
 - b. Informasi ini dapat digunakan untuk mengkonfirmasi jenis bahan, memonitor perubahan fase, atau menganalisis sampel yang tidak diketahui.

Alat XRD adalah alat yang sangat berguna dalam ilmu material, geologi, kimia, dan banyak bidang lainnya untuk memahami sifat kristal dari berbagai jenis bahan padat. Teknis operasional yang benar dan pemahaman tentang prinsip dasar difraksi sinar-X sangat penting untuk mendapatkan hasil yang akurat dan berguna.

• **Scanning Electron Microscopy (SEM)**

1. **Penyiapan Sampel:**

- Sampel harus dipersiapkan dan diberikan perlakuan khusus sesuai dengan jenis sampel yang akan diamati.
- Sampel seringkali harus diawetkan, disemprotkan dengan logam, atau dilapisi dengan lapisan tipis konduktif seperti emas untuk menghindari pengaruh muatan listrik selama pengamatan SEM.

2. **Penyetelan SEM:**

- SEM menggunakan sinar elektron alih-alih sinar cahaya, sehingga harus dioperasikan dalam lingkungan hampa udara atau vakum tinggi.
- Elektron yang dihasilkan dari sumber elektron diarahkan ke sampel.
- Pemantauan dilakukan dengan mendeteksi elektron yang dipantulkan, diserap, atau dihamburkan oleh sampel.

3. **Pengamatan Morfologi Kristal:**

- Elektron yang bersentuhan dengan permukaan sampel akan menghasilkan sinyal elektron sekunder atau belokan, yang digunakan untuk membangun gambar morfologi sampel.
- SEM menghasilkan gambar tiga dimensi dengan resolusi tinggi yang memungkinkan pengamatan detail morfologi dan bentuk kristal.

Dengan menggabungkan informasi morfologi dari SEM, Dapat memahami struktur dan komposisi kristal dalam sampel. Ini sangat berguna dalam berbagai aplikasi, termasuk dalam ilmu material, geologi, ilmu hayati, dan lain-lain, untuk memahami sifat dan karakteristik bahan dan sampel.

Teknik Analisis Data

Setelah melalui proses sintesis hidroksiapatit, Software akan digunakan untuk menganalisis hasil karakterisasi. Kumpulan data elektronik yang dikelola dan disimpan oleh komputer disebut perangkat lunak, atau piranti lunak komputer. “Ada kemungkinan bahwa data yang disimpan berupa script atau program yang dapat digunakan untuk menjalankan perintah” (Pudjoatmodjo and Wijaya 2016). Untuk statistik menggunakan statistik deskriptif. Tiap karakterisasi menggunakan software yang berbeda. Untuk pengolahan data hasil dari uji X-Ray Diffraction (XRD) menggunakan software MATCH Versi 3.8.1, Sementara untuk Scanning Electron Microscope (SEM) menggunakan software ImageJ dan Origins.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Serbuk tulang sotong yang telah halus dan di saring, dilakukan proses kalsinasi dan dilanjut dengan proses sol-gel beserta sintering nya, hasil kalsinasi serbuk tulang sotong. Warna serbuk tulang sotong putih kecoklatan setelah dikalsinasi berubah menjadi berwarna putih bersih. “Perubahan warna putih pada serbuk tulang sotong

disebabkan suhu kalsinasi yang menyebabkan senyawa organik hilang. hasil kalsinasi berwarna putih menunjukkan proses degradasi material organik sudah tidak terjadi kembali” (Riyanto , 2013)



Sebelum



Sesudah

Gambar 2 Hasil sebelum dan sesudah kalsinasi serbuk tulang sotong

Sumber : Dokumentasi pribadi

Kalsium karbonat (CaCO_3) terurai menjadi kalsium oksida (CaO) saat bubuk tulang sotong dikalsinasi karena bahan organik dalam tulang dihilangkan selama proses kalsinasi. “Kalsium oksida (CaO) dari tulang sotong digunakan sebagai sumber prekursor kalsium (Ca) dalam sintesis hidroksiapatit” (Khoirudin, 2015).



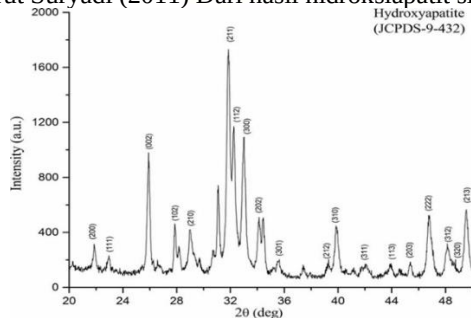
Gambar 3 Hasil setelah Sol-gel dan sintering

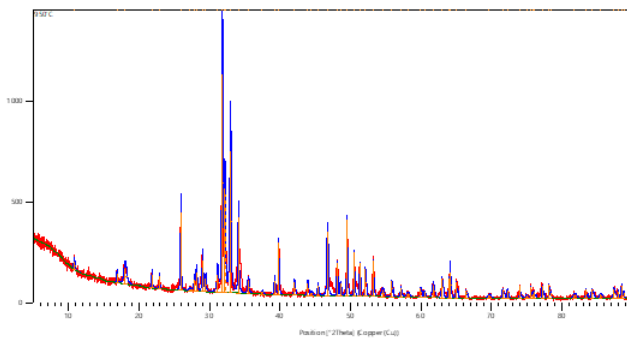
Sumber: dokumentasi pribadi

Setelah kalsinasi, serbuk tulang sotong dilakukan proses sol-gel beserta sintering, Setelah itu, SEM digunakan untuk memastikan morfologi dan uji XRD dilakukan untuk memastikan kemurnian, kristalinitas, dan ukuran partikel.

Hasil Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Untuk mengidentifikasi fase-fase yang ada pada setiap material, dilakukan uji karakterisasi XRD. “Dilakukan perbandingan antara peak-peak yang muncul pada HA sintesis dengan HA stoikiometri (JCPDS 09-432).” Menurut Suryadi (2011) Dari hasil hidroksiapatit sintesis





Berdasarkan hasil uji spesimen XRD, puncak hidroksiapatit pertama muncul pada sudut 25,85° dan puncak tertinggi pada sudut 31,83° setelah spesimen dipanaskan hingga 950°. Dari hasil XRD diatas intensitas yang diperoleh HAp tulang sotong mempunyai puncak yang hampir sama dengan data acuan XRD JCPDS No. 09-432. Ini menunjukkan bahwa hasil penelitian tersebut adalah senyawa HAp.

a. Kemurnian

Salah satu faktor kunci yang memengaruhi hasil sintesis hidroksiapatit adalah tingkat kemurnian hidroksiapatit sintetis. Program MATCH membandingkan temuan data puncak XRD (Difraksi Sinar-X) hidroksiapatit untuk menentukan kemurnian material.

Tabel 2 Hasil olah data x-ray diffraction dengan sofware match

Suhu 550			
Entry Number	Rumus kimia	Nama	Jumlah(%)
96-900-2215	Ca ₅ H ₂ O ₁₃ P ₃	Hidroksiapatit	81,5
96-152-9753	Ca H ₂ O ₂	Ca(OH) ₂	18,5
Suhu 750°			
Entry Number	Rumus kimia	Nama	Jumlah(%)
96-900-2217	Ca ₅ H ₂ O ₁₃ P ₃	Hidroksiapatit	80
96-152-9753	Ca H ₂ O ₂	Ca(OH) ₂	20
Suhu 950°			
Entry Number	Rumus kimia	Nama	Jumlah(%)
96-900-2216	Ca ₅ H ₂ O ₁₃ P ₃	Hidroksiapatit	96,2
96-702-0139	Ca H ₂ O ₂	Ca(OH) ₂	3,8

Saat melakukan sintesis pada bubuk tulang sapi, kemurnian sangatlah penting, semakin murni hidroksiapatit sintetis yang dihasilkan dan sesuai dengan database JCPDS (Join Committee on Power Diffraction Standards) menandakan bahwa hidroksiapatit sintetis mempunyai kualitas yang baik.

Bagan yang disebutkan juga menunjukkan bahwa spesimen yang disinter pada suhu 950°C selama 6,5 jam memiliki kemurnian hidroksiapatit tertinggi,

dengan kemurnian lebih dari 75,29% berdasarkan basis data JCPDS (Join Committee on Power Diffraction Standards).

b. Kristalinitas

Karakteristik mekanis hidroksiapatit yang dihasilkan akan dipengaruhi oleh proporsi kristalinitas. Semakin besar karakteristik mekanis, semakin tinggi proporsi kristalinitas. Program asli dapat digunakan untuk menganalisis hasil uji XRD dan menentukan nilai kristalinitas. Rumus berikut dapat digunakan untuk menentukan persentase kristalinitas:

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

Berikut adalah hasil perhitungan tingkat kristalinitas dari sampel hidroksiapatit tulang sotong:

Tabel 3 Hasil perhitungan kristalinitas hidroksiapatit tulang sotong

No.	Suhu	Kristalinitas
1	550°	78,78%
2	750°	80,62%
3	950°	88,20%

Dari ketiga sampel tersebut menunjukkan telah melampaui batas standar ISO 13779-1:2008 tentang hidroksiapatit, yaitu 50%.

c. Ukuran Partikel

Ukuran partikel hidroksiapatit tulang sotong dapat diketahui dengan menganalisis puncak-puncak pada data XRD (X-Ray Diffraction). Semakin besar ukuran partikel, maka intensitas puncak pada sudut 2θ juga tinggi yang juga menyebabkan meningkatnya kristalinitas (Hartanto, 2015)

Untuk mendapatkan ukuran butir pada spesimen tulang sotong dapat digunakan menggunakan rumus Debye Scherrer 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)

Berikut adalah hasil perhitungan ukuran kristal dari sampel hidroksiapatit tulang sotong:

Tabel 4 Hasil perhitungan ukuran kristal hidroksiapatit tulang sotong

No.	Suhu	Ukuran (nm)
1	550°	14,069
2	750°	23,304
3	950°	30,407

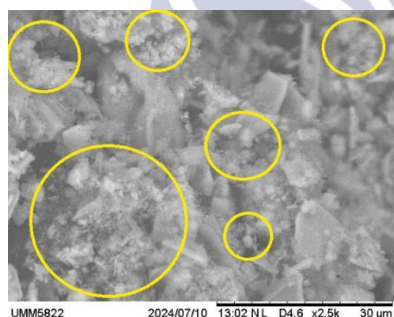
Dari hasil karakterisasi XRD diatas, dapat disimpulkan pada tabel sebagai berikut :

Tabel 5 Hasil Karakterisasi XRD

Kandungan	Suhu dan Lama Waktu Kalsinasi		
	550°C (6,5 Jam)	750°C (6,5 Jam)	950°C (6,5 Jam)
Kemurnian (%)	81,5%	80%	96,2%
Derajat Kristalinitas (%)	78,78%	80,62%	88,20%
Ukuran Kristal (nm)	14,069 nm	23,304 nm	30,407 nm

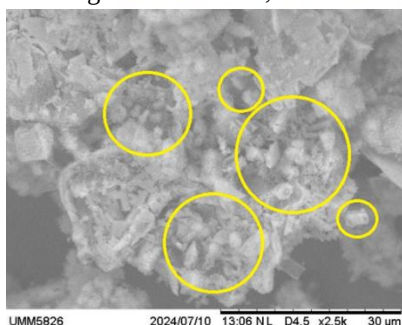
Hasil Uji Scanning Electron Microscope (SEM)

Menggunakan pembesaran 2500x, pengujian SEM dilakukan untuk memastikan morfologi butiran bubuk hidroksiapatit.



Gambar 6 Hasil SEM 550°

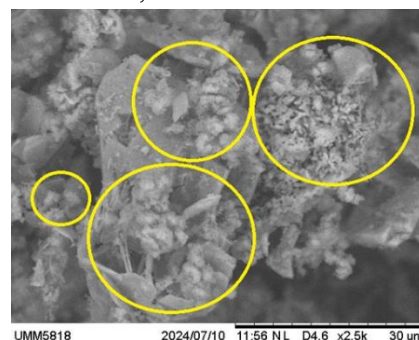
Sampel hidroksiapatit dengan variasi suhu 550° pada perbesaran 2500x memiliki bentuk morfologi yang ditunjukkan di lingkaran kuning berbentuk lempengan terpisah dan butir butir kristal yang tidak beraturan dengan jarak antar partikel tidak beraturan (ada yang jauh dan ada yang rapat) hal tersebut bias disebabkan oleh suhu sintering yang kurang tinggi. Ukuran rata- rata yang di peroleh dengan suhu sintering 550° adalah 14,069 nm



Gambar 7 Hasil SEM 750°

Pada sampel hidroksiapatit dengan variasi suhu 750° pada perbesaran 2500x memiliki bentuk morfologi dengan

sebaran yang cukup homogen dan berbentuk butiran granular beragam (yang terdapat pada lingkaran) dengan jarak antar partikel yang yang mulai menggumpal. Ukuran rata-rata yang di peroleh dari material dengan suhu sintering 750° adalah 23,304 nm



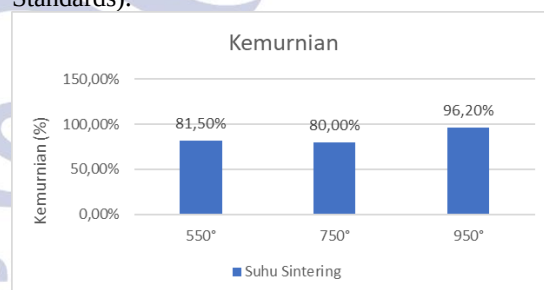
Gambar 8 Hasil SEM 950°

Pada sampel hidroksiapatit dengan variasi suhu 950° dengan perbesaran 2500x memiliki bentuk morfologi yang cukup homogen dan berbentuk bongkahan yang ditunjukan lingkaran terjadinya gumpalan dengan jarak antar partikel berdekatan, yang dimana pada variasi ini dapat dikatakan fase kristal dapat dikatakan stabil dan beraturan. Ukuran rata- rata yang di peroleh dari material dengan suhu sintering 950° adalah 30,407 nm

PEMBAHASAN

a. Kemurnian

Hal terpenting dalam sintesis bubuk tulang sotong sebagai bahan hidroksiapatit adalah kemurnian. Semakin tinggi kemurnian hidroksiapatit sintetik yang dihasilkan maka semakin tinggi pula kualitas hidroksiapatit sintetik tersebut menurut database JCPDS (Committee of Powder Diffraction Standards).



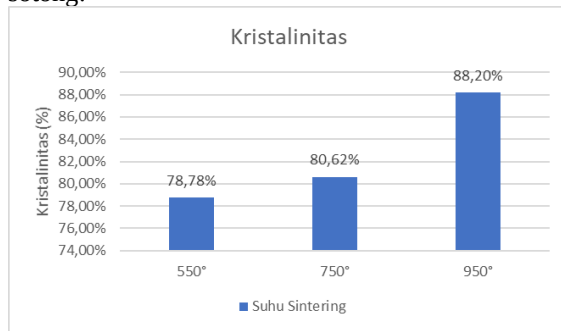
Gambar 9 Grafik Kemurnian hidroksiapatit sintetik

Dari grafik di atas terlihat hidroksiapatit tulang sotong yang disintering pada suhu 950° mempunyai kemurnian yang tinggi yaitu 96,20%. Hal ini karena pertumbuhan partikel meningkat seiring dengan suhu dan penambahan fase lain terjadi seiring dengan peningkatan pertumbuhan partikel.

b. Kristalinitas

Berdasarkan hasil pemeriksaan spektroskopi XRD (X-Ray Diffraction) sampel, kristalinitas sampel serbuk tulang sotong ditetapkan sebesar yang lebih tinggi saat suhu sintering 950° sebesar 88,20% dan tingkat kristalinitas terkecil terdapat pada sampel yang di lakukan kalsinasi dengan suhu 550° sebesar

78,78%. Berikut grafik dari kristalinitas serbuk tulang sotong:

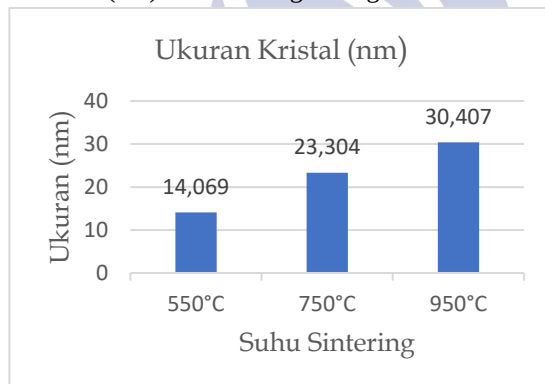


Gambar 10 Grafik Kristalinitas hasil sintering tulang sotong

“Fasa kristalinitas apatit memiliki hubungan terhadap kekuatan mekanis material perancah (sel scaffold), semakin tinggi tingkat kristalinitas material memberikan kontribusi terhadap kekuatan mekanik yang semakin baik” (Wopenka dan Pateris 2005).

c. Ukuran Kristal

Dari hasil kajian sampel yang diuji menggunakan spektrum XRD (difraksi sinar-X), Selain itu, sampel dapat diperiksa untuk mengetahui ukuran partikel dan diameter (nm) bubuk tulang sotong.



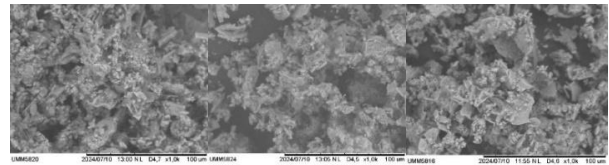
Gambar 11 Grafik ukuran butir serbuk tulang sotong

Seperti yang dapat diamati dari grafik berikut, sampel yang dikalsinasi pada suhu 950°C memiliki ukuran butiran terbesar, berukuran 30.407 nm, dan sampel yang dikalsinasi pada suhu 550°C memiliki ukuran partikel terendah, berukuran 14.069 nm.

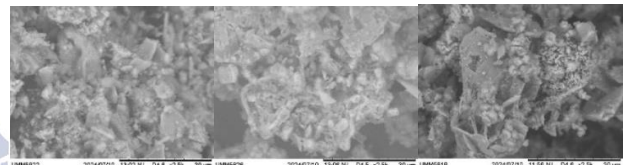
Ditemukan bahwa ketika suhu naik, ukuran bubuk tulang sotong bertambah besar, “Hal ini disebabkan karena seiring peningkatan suhu reaksi maka banyak partikel yang tumbuh dan frekuensi tumbukan antar partikel juga semakin tinggi, sehingga menyebabkan diameter kristal akan semakin besar” (Fadli, 2019).

Pada penelitian yang dilakukan Fariz dan Irfa'i (2024) dengan judul “Pengaruh Suhu Sintesis Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berdasar Cangkang Telur Ayam Ras Dengan Metode Sol-Gel”. Variasi suhu sintering mempengaruhi ukuran kristal dan derajat kristalinitas sampel. Semakin tinggi suhu sintering, semakin besar ukuran kristal yang terbentuk.

d. Morfologi



Gambar 12 Hasil Uji SEM serbuk tulang sotong, dimulai dari kiri sample suhu 5500C, 7500C, dan 9500C pada perbesaran 1000x



Gambar 13 Hasil Uji SEM serbuk tulang sotong, dimulai dari kiri sample suhu 5500, 7500, dan 9500 pada perbesaran 2500x.

Bentuk morfologi sampel menjadi lebih dekat seiring meningkatnya varians suhu sintering, menurut pemeriksaan temuan uji SEM (Scanning Electron Microscope) pada gambar di atas.

Pada penelitian yang dilakukan Pratama & Irfa'i (2023) dengan judul “Pengaruh Suhu dan Waktu Kalsinasi Terhadap kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi” Sampel dengan nilai kemurnian dan kristalinitas tertinggi memiliki bentuk granular menyerupai bola dengan jarak partikel rapat. Dalam penelitian sebelumnya, diklaim bahwa energi atom untuk berdifusi dan beraglomerasi meningkat seiring dengan suhu sintering sampel. “Sehingga ukuran kristal yang terbentuk semakin besar dan ikatan antar atom semakin kuat dan teratur” (Ireka et al., 2018)

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian tentang pengaruh variasi suhu sintering terhadap kemurnian hidroksiapatit berdasar tulang sotong dengan metode sol-gel, maka dapat diambil simpulan sebagai berikut:

1. Dari uji XRD sample dengan variasi suhu 950 memiliki nilai kemurnian tertinggi 96,20% dengan tingkat kristalinitas sebesar 88,20%.
2. Variasi suhu sintering pada proses sol-gel juga berpengaruh terhadap bentuk morfologi yang di dapat, dalam penelitian ini hasil uji SEM menunjukkan bentuk morfologi granular yang beragam dan merapatnya antar partikel, Bentuk terbaik dan juga kerapatan antar partikel terbaik terjadi pada sample dengan variasi suhu 950°.

Saran

Penelitian kali ini menghasilkan sintesis hidroksiapatit yang cukup baik sebagai bahan biomaterial. Mengingat hal tersebut, peneliti menuliskan rekomendasi berikut untuk penelitian selanjutnya:

1. Perubahan suhu dari 550° ke 950°, seperti ditunjukkan oleh data sampel, menunjukkan kenaikan dan penurunan derajat kemurnian, maka dibutuhkan penelitian lebih lanjut pada rentang suhu tersebut dengan variasi waktu untuk mendapatkan nilai terbaik.
2. Untuk mengurangi gangguan pada hasil uji XRD (Difraksi Sinar-X) dan jumlah fase yang masih diperlukan untuk mendapatkan sisa hidroksiapatit, diharapkan penelitian mendatang akan menggunakan cawan keramik dengan penutup.

Firmansyah Fariz P. dan Mochamad Arif Irfa'i. (2024). Pengaruh Suhu Sintesis Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Cangkang Telur Ayam Ras Dengan Metode Sol-Gel. JTM. VOLUME 13 NOMER 01 Tahun 2024, 07-14.

DAFTAR PUSTAKA

- Mondal, B., Mondal, S., Mondal, A., & Mandal, N. (2016). Fish scale derived hydroxyapatite scaffold for bone tissue engineering. *Materials Characterization*, 121, 112–124.
- Sabir, A., Abbas, H., Amini, A. Y., & Asmal, S. (2021). Characterization of duck egg shells and bioceramic materials in making denture applications. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1088(1), 012116.
- Ratminingsih, N. M. (2010). Penelitian Eksperimental Dalam Pembelajaran Bahasa Kedua. *Prasi*, 6(11), 31–40.
- Ranamanggala, J. A., Laily, D. I., Annisa, Y. N., & Cahyaningrum, S. E. (2020). Potensi Hidroksiapatit dari Tulang Ayam Sebagai Pelapis Implan Gigi. *Jurnal Kimia Riset*, 5(2), 141.
- Pudjoatmodjo, B., & Wijaya, R. (2016). Tes Kegunaan (Usability Testing) Pada Aplikasi Kepegawaian Dengan Menggunakan System Usability Scale (Studi Kasus: Dinas Pertanian Kabupaten Bandung). *SEMNAS TEKNOMEDIA ONLINE*, 4(1), 2–9.
- Sugiyono. (2019). Metode Penelitian Kuantitatif, Kualitatif, dan R&D. Bandung : Alfabet.
- Elma, M. (2018). Proses Sol-Gel: Analisis, Fundamental dan Aplikasi. Lambung Mangkurat University Press.
- Wopenka B dan Pasteris JD. (2005). A mineralogical perspective on the apatite in bone. *Journal of Materials Science and Engineering*. 25(2): 131-143.
- Riyanto, B. (2013). Material Biokeramik Berbasis Hidroksiapatit Tulang Ikan Tuna. *JPHPI*, 16(2) : 119–132.
- Pratama, Y., & Irfa'i, M. A. (2023). Pengaruh Suhu Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi. *JTM. VOLUME 11 NOMER 01 Tahun 2023*. 7-12.