

PENGARUH SUHU SINTESIS TERHADAP KEMURNIAN HIDROKSIAPATIT BERDASAR TULANG SAPI DENGAN METODE SOL-GEL

Jovanca Andrian Christano

S1 Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: jovanca.18068@mhs.unesa.ac.id

Mochamad Arif Irfa'i

Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya

Email: arifirfai@unesa.ac.id

Abstrak

angka kecelakaan di sekitar kita terus mengalami peningkatan, dan banyak orang cenderung mengabaikan peraturan lalu lintas. Hal ini mengakibatkan berbagai cedera, termasuk patah tulang ringan hingga berat. Proses penyembuhan patah tulang dapat dibantu melalui rekayasa jaringan tulang, salah satunya dengan menggabungkan scaffold tulang pada bagian yang mengalami keretakan atau patah. Salah satu material yang umum digunakan sebagai scaffold adalah hidroksiapatit, yakni biokeramik berbasis kalsium fosfat dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit dapat disintesis dari sumber kalsium baik alami maupun sintetik. Beberapa metode yang digunakan dalam sintesis hidroksiapatit meliputi metode kering, sol-gel, hidrotermal, dan metode presipitasi basah. Dalam penelitian ini, digunakan metode sol-gel dengan sumber kalsium berasal dari tulang sapi. Metode sol-gel memiliki keunggulan karena mampu menghasilkan pencampuran molekul yang lebih homogen. Proses kalsinasi menjadi tahap penting dalam sintesis hidroksiapatit karena suhu dan waktu pemanasan sangat mempengaruhi kualitas hasil akhir. Pada penelitian ini, proses kalsinasi dilakukan pada suhu 1000°C selama 3,5 jam. Selanjutnya, dilakukan proses sintering pada suhu bervariasi yaitu 550°C , 750°C , dan 950°C selama 6,5 jam. Hasil dari proses sintering kemudian dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) untuk mengidentifikasi fasa kristalin, serta Scanning Electron Microscope (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan. Penelitian ini bertujuan memperoleh nilai optimal dari suhu dan waktu kalsinasi terhadap tingkat kemurnian hidroksiapatit hasil sintesis.

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

Abstract

The number of accidents around us had continued to increase, with many individuals neglecting traffic regulations. This situation led to various injuries, including minor to severe bone fractures. The healing process of bone fractures could be supported through bone tissue engineering, one of which involved the integration of bone scaffolds into the fractured or cracked areas. A commonly used material for scaffolds was hydroxyapatite, a bioceramic based on calcium phosphate with the chemical formula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hydroxyapatite could be synthesized from both natural and synthetic calcium sources. Several methods had been employed in the synthesis of hydroxyapatite, including dry methods, sol-gel, hydrothermal, and wet precipitation techniques. In this study, the sol-gel method was utilized, with calcium sourced from bovine bone. The sol-gel method offered the advantage of producing more homogeneous molecular mixing. Calcination was a crucial step in the synthesis of hydroxyapatite, as the temperature and duration of heating significantly affected the quality of the final product. In this research, the calcination process was carried out at 1000°C for 3.5 hours. This was followed by a sintering process at varying temperatures of 550°C , 750°C , and 950°C for 6.5 hours. The sintered products were then characterized using X-Ray Diffractometer (XRD) to identify the crystalline phases, and Scanning Electron Microscope (SEM) to observe the surface morphology. This study aimed to obtain the optimal values of calcination temperature and time in relation to the purity of the synthesized hydroxyapatite.

Keywords : Hydroxyapatite, calcination, sol-gel method, bovine bone

PENDAHULUAN

Tulang merupakan komponen utama penyusun kerangka tubuh manusia dan memegang peran penting dalam mendukung aktivitas sehari-hari. Dalam aktivitasnya, tulang dapat mengalami kerusakan berupa fraktur maupun kelainan akibat penyakit atau kecelakaan (Afifah & Cahyaningrum, 2020). Kerusakan tersebut dapat menyebabkan gangguan struktur yang berdampak pada terganggunya fungsi tubuh secara keseluruhan. Oleh karena itu, diperlukan upaya restorasi guna mengembalikan fungsi tubuh secara normal. Salah satu solusi medis yang dikembangkan adalah teknologi implan tulang, yang berfungsi menggantikan atau memperbaiki tulang yang rusak atau mengalami kelainan. Selama proses regenerasi tulang, keberadaan implan memastikan posisi tulang tetap sesuai dengan struktur anatomi yang semestinya. Implan tersebut dibuat menggunakan biomaterial, yakni bahan yang dapat diterima oleh tubuh dan mendukung proses penyembuhan tulang.

Salah satu biomaterial yang banyak digunakan adalah hidroksiapatit, yaitu material biokeramik berbasis kalsium fosfat dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Senyawa ini memiliki kemiripan struktur dan komposisi dengan komponen anorganik pada tulang manusia. Sejak dikembangkan pada tahun 1950 sebagai bahan scaffold atau perancah tulang, hidroksiapatit dikenal memiliki sifat biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif yang sangat baik (Kattimani, 2016). Karena kesamaan tersebut, hidroksiapatit juga sering disebut sebagai calcium phosphate. Namun, hidroksiapatit sintetis yang umum digunakan di Indonesia sebagian besar masih harus diimpor, sehingga harganya sangat mahal. Menurut data BPPT (2018), harga jual hidroksiapatit di Indonesia bisa mencapai Rp21,5 juta untuk setiap 5 miligram, dan ketersediaannya masih tergantung pada pasokan dari luar negeri.

Untuk memproduksi hidroksiapatit, dapat digunakan sumber kalsium baik dari bahan sintetis maupun alami. Sumber kalsium alami umumnya memiliki kandungan kalsium yang cukup tinggi, menjadikannya cocok untuk proses sintesis. Dalam penelitian ini, tulang sapi digunakan sebagai sumber kalsium, karena diketahui memiliki kandungan mineral yang melimpah. Berdasarkan data dari Perwitasari (2008), komposisi mineral dalam tulang sapi meliputi calcium phosphate (58,30%), calcium fluoride (1,96%), calcium carbonate (7,07%), dan magnesium phosphate (2,09%). Selain itu, berdasarkan catatan BPS tahun 2011, pemotongan sapi meningkat secara signifikan dari tahun 2008 hingga 2011 dengan jumlah mencapai 1.151.917 ekor per tahun. Akibatnya, limbah tulang sapi terus

menumpuk setiap tahun dan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan, baik terhadap tanah, air, maupun udara (BPS, 2011).

Beberapa metode dapat digunakan untuk sintesis hidroksiapatit, di antaranya adalah metode kering, metode sol-gel, metode hidrotermal, dan metode pengendapan basah (Ardabilly & Trias, 2013). Dalam penelitian ini digunakan metode sol-gel karena memiliki sejumlah keunggulan, antara lain mampu menghasilkan produk

dengan homogenitas dan kemurnian tinggi serta dapat dilakukan pada suhu relatif rendah. Metode sol-gel merupakan proses sintesis bahan anorganik atau keramik yang berasal dari larutan prekursor, yang kemudian mengalami transformasi menjadi sol dan akhirnya menjadi jaringan padat yang disebut "gel". Untuk mengetahui karakteristik fisik dari hidroksiapatit hasil sintesis, dilakukan pengujian menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) guna mengetahui fase kristal yang terbentuk, serta Scanning Electron Microscope (SEM) untuk mengamati morfologi permukaan (Suryadi, 2011).

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini dilakukan dengan tujuan mensintesis hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan metode sol-gel, dengan memvariasikan suhu dan waktu sintesis. Hidroksiapatit yang dihasilkan diharapkan dapat dimanfaatkan lebih lanjut sebagai bahan biokeramik untuk aplikasi medis.

METODE

Penelitian ini termasuk dalam jenis penelitian eksperimental, yaitu metode yang digunakan untuk mengkaji hubungan kausal antara variabel-variabel yang saling memengaruhi. Dalam eksperimen ini, peneliti melakukan variasi terhadap suhu dan waktu guna memperoleh kondisi optimal dalam proses sintesis hidroksiapatit menggunakan metode Sol-Gel (Ismayani, A., 2019).

Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan setelah proposal skripsi disetujui melalui proses seminar atau sidang, serta seluruh data dan analisis yang dibutuhkan telah berhasil dikumpulkan dan dipenuhi.

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

Laboratorium biologi Universitas Muhammadiyah Malang

Variabel Penelitian

Menurut Sugiyono (2017), “variabel bebas adalah variabel yang memengaruhi atau yang menjadi sebab perubahan atau timbulnya variabel terikat. Variabel bebas merupakan variabel yang menyebabkan terjadinya perubahan sehingga akan timbul variabel independen (terikat).” Variabel-variabel dalam penelitian ini terdiri atas

Variabel Bebas

- Variasi suhu sintering 550°
- Variasi suhu sintering 750°C
- Variasi suhu sintering 950°C

Variabel Terikat

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

- Karakteristik hidroksiapatit berbahan tulang sapi yang dianalisis melalui uji X-Ray Diffraction (XRD)
- Morfologi hidroksiapatit yang dianalisis menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM)

Variabel Kontrol

Variabel kontrol yang ditetapkan untuk penelitian ini adalah :

Tulang sapi sebagai sumber kalsium

- Tulang sapi sebagai sumber kalsium
- Asam fosfat (H_3PO_4)
- Aquades
- Waktu sintering selama 6,5 jam
- Metode sol-gel

Diagram Alur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan sintesis dan pengujian sampel. Tahap sintesis sampel meliputi sintesis hidroksiapatit melalui metode sol-gel. Sedangkan tahap pengujian sampel dilakukan dengan uji Xray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM). Seperti pada gambar di samping ini:

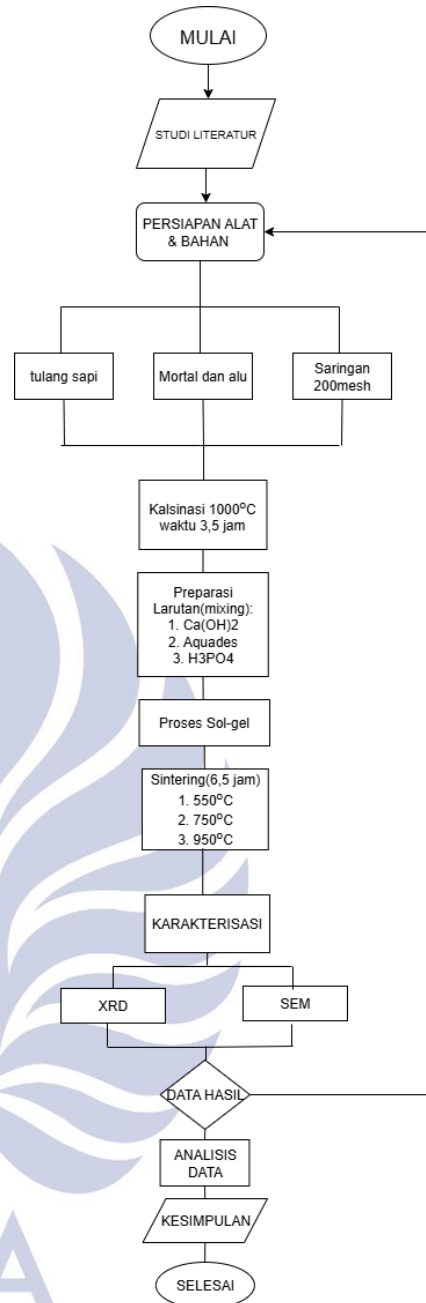


Figure 1. Diagram Alur Penelitian

Alat, Bahan, dan Instrumen Penelitian

• Alat

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

1. Mortar alu keramik untuk penghalusan tulang sapi
2. Ayakan 200 *mesh* untuk menyaring serbuk dan memisahkan serbuk yang belum halus
3. Gelas *beaker* untuk wadah proses sintering
4. *Magnetic stirrer* untuk mengaduk dan memanaskan larutan yang akan digunakan untuk sintesis hidroksiapatit

• Bahan

Bahan yang dipakai dalam penelitian ini antara lain:

1. Tulang Sapi
2. Asam Fosfat (H_3PO_4)
3. Aquades

• Instrumen Penelitian

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

1. Tungku Naberthrem Furnace untuk proses kalsinasi yang melepas CO_2 dan sintering
2. X- ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui struktur kristal, fasa dan derajat kristalinitas, parameter kisi
3. Scanning Elektron Microscope (SEM) digunakan untuk menghasilkan gambar permukaan sampel dengan resolusi tinggi dan detail yang dihasilkan sangat jelas

Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan melalui tiga tahapan utama, yaitu tahap persiapan bahan, pembuatan sampel, serta karakterisasi sampel. Proses pembuatan sampel melibatkan sintesis hidroksiapatit menggunakan metode sol-gel. Sementara itu, tahap karakterisasi dilakukan dengan pengujian menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM).

• Persiapan Bahan

Langkah awal dalam persiapan bahan dilakukan dengan mencuci tulang sapi menggunakan air bersih, kemudian membersihkan permukaannya hingga lapisan-lapisannya terpisah. Setelah itu, tulang dijemur di bawah sinar matahari selama 24 jam. Tulang yang telah kering kemudian dihancurkan menggunakan mortar dan disaring dengan ayakan berukuran 200 *mesh*. Selanjutnya, dilakukan proses penggilingan menggunakan ball mill selama 18 jam untuk memperkecil ukuran partikel lebih lanjut.

• Pembuatan Sample

tahap sintesis hidroksiapatit dengan metode sol-gel meliputi empat proses utama, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan (aging), dan pengeringan. Langkah pertama adalah hidrolisis, dilakukan dengan mencampurkan kalsium hidroksida dan asam fosfat menggunakan magnetic stirrer selama 2 jam hingga larutan tercampur secara homogen. Langkah kedua adalah proses kondensasi, yaitu transisi larutan sol menjadi gel yang dipanaskan pada suhu $150^\circ C$ hingga mencapai kekentalan tertentu, membentuk fasa anatase dalam kondisi amorf. Langkah ketiga adalah pematangan gel (aging) dengan mendinginkan gel selama 24 jam, di mana terjadi pembentukan struktur jaringan gel yang

Sampel	Suhu Sintering ($^\circ C$)
A	$550^\circ C$
B	$750^\circ C$
C	$950^\circ C$

Figure 2 Intrumen Penelitian yang Digunakan

padat dan mengalami penyusutan. Langkah keempat merupakan tahap pengeringan yang dilakukan pada suhu $250^\circ C$ untuk memperoleh serbuk hidroksiapatit (HA). Setelah itu, dilakukan proses sintering pada tiga variasi suhu, yakni $550^\circ C$, $750^\circ C$, dan $950^\circ C$ selama 6,5 jam. Tabel 1 Perhitungan jumlah sampel sintetis hidroksiapatit

Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

Persiapan Sampel:

Sampel perlu berada dalam kondisi padat dan umumnya digiling menjadi serbuk halus agar sesuai untuk analisis.

Sampel diletakkan pada wadah khusus (holder) yang biasanya terbuat dari bahan seperti kaca kuarsa atau material lain yang tidak menyerap sinar-X.

Permukaan sampel harus dibuat datar dan rata untuk mengurangi gangguan pada hasil pola difraksi

Penyesuaian Alat:

Sinar-X yang dihasilkan dari sumber (biasanya berupa tabung) diarahkan langsung ke permukaan sampel.

Detektor sinar-X diposisikan sedemikian rupa agar mampu menangkap sinar-X yang dipantulkan oleh sampel pada berbagai sudut (2θ).

Detektor akan bergerak mengitari sampel guna merekam data dari beragam sudut difraksi.

Pengukuran Pola Difraksi:

Instrumen XRD akan melakukan pemindaian pada berbagai sudut 2θ untuk memperoleh data difraksi dari beragam orientasi sudut.

Masing-masing sudut 2θ memberikan informasi mengenai panjang gelombang sinar-X yang tersebar oleh struktur kristal dalam sampel.

Masing-masing sudut 2θ memberikan informasi mengenai panjang gelombang sinar-X yang tersebar oleh struktur kristal dalam sampel.

Hasil data kemudian dicatat dalam bentuk pola difraksi yang menampilkan hubungan antara intensitas difraksi (sumbu y) dan sudut 2θ (sumbu x). Analisis Pola Difraksi:

Pola difraksi yang dihasilkan dapat dicocokkan dengan database referensi dari pola difraksi kristal yang telah teridentifikasi sebelumnya.

Berdasarkan pola difraksi tersebut, dapat diketahui jenis kristal dalam sampel, parameter kisi kristalnya, serta arah orientasi kristal tersebut.

Selain itu, pola difraksi juga berguna untuk menghitung berbagai parameter lain, seperti ukuran butiran kristal dan tegangan yang terdapat di dalam struktur kristal

Interpretasi Hasil:

Analisis terhadap pola difraksi dimanfaatkan untuk mengetahui struktur kristal dan komposisi material yang terdapat dalam sampel.

Data tersebut berguna untuk memastikan jenis material, memantau terjadinya perubahan fasa, serta mengkaji sampel yang belum teridentifikasi. XRD merupakan instrumen yang sangat bermanfaat di berbagai bidang seperti ilmu material, geologi, kimia, dan disiplin ilmu lainnya dalam menganalisis sifat kristalin dari beragam material padat. Pengoperasian yang tepat serta pemahaman terhadap prinsip dasar difraksi sinar-X menjadi kunci untuk memperoleh data yang akurat dan relevan

Scanning Electron Microscopy (SEM)

Penyiapan Sampel:

Persiapan sampel harus dilakukan secara khusus dan disesuaikan dengan karakteristik masing-masing jenis sampel yang akan dianalisis.

Umumnya, sampel perlu diawetkan, dilapisi logam, atau diberi lapisan tipis bahan konduktif seperti emas guna mencegah gangguan akibat penumpukan muatan listrik selama proses pengamatan dengan SEM.

Penyetelan SEM:

SEM memanfaatkan sinar elektron sebagai pengganti cahaya, sehingga alat ini harus dijalankan dalam kondisi ruang hampa atau vakum tinggi.

Elektron yang dihasilkan dari sumber ditembakkan langsung menuju permukaan sampel.

Proses pengamatan dilakukan dengan menangkap elektron yang dipantulkan, diserap, atau tersebar dari sampel yang dianalisis.

Pengamatan Morfologi Kristal:

Ketika elektron mengenai permukaan sampel, akan dihasilkan sinyal berupa elektron sekunder atau sinyal pantulan, yang kemudian dimanfaatkan untuk membentuk citra morfologi permukaan sampel.

SEM mampu menghasilkan citra tiga dimensi beresolusi tinggi yang memungkinkan analisis mendalam terhadap struktur morfologi dan bentuk kristal suatu material.

Dengan memanfaatkan data morfologi yang diperoleh dari SEM, dapat diperoleh pemahaman mengenai struktur dan komposisi kristal dalam suatu sampel. Informasi ini sangat bermanfaat untuk berbagai bidang seperti ilmu material, geologi, biologi, dan lainnya, guna menelaah sifat serta karakteristik suatu material atau sampel.

Teknik Analisis Data

Setelah proses sintesis hidroksiapatit selesai, analisis hasil karakterisasi dilakukan dengan bantuan perangkat lunak. Perangkat lunak, atau software, merupakan sekumpulan data digital yang diatur dan dijalankan oleh komputer. Data ini dapat berupa skrip atau program yang digunakan untuk mengeksekusi perintah tertentu (Pudjoatmodjo dan Wijaya, 2016). Setiap jenis karakterisasi menggunakan perangkat lunak yang berbeda. Untuk analisis data hasil pengujian X-Ray Diffraction (XRD), digunakan software MATCH versi 3.8.1, sedangkan pengolahan hasil dari Scanning Electron Microscope (SEM) dilakukan dengan menggunakan software ImageJ dan Origin.

HASIL DAN PEMBAHASAN



Figure 3. Hasil setelah proses sol-gel dan sintering

Serbuk tulang sapi yang telah dihaluskan dan disaring kemudian menjalani proses kalsinasi, dilanjutkan dengan sintesis menggunakan metode sol-gel serta tahap sintering. Setelah proses kalsinasi, warna serbuk tulang sapi yang semula putih kecoklatan berubah menjadi putih bersih. Perubahan warna ini disebabkan oleh suhu tinggi selama kalsinasi yang menghilangkan kandungan senyawa organik dalam tulang. Warna putih pada hasil kalsinasi menunjukkan bahwa proses degradasi material organik telah selesai (Riyanto, 2013).

Kalsinasi ini berfungsi mengeliminasi komponen organik dalam tulang, yang kemudian menyebabkan dekomposisi kalsium karbonat (CaCO_3) menjadi kalsium oksida (CaO). Kalsium oksida hasil kalsinasi

tersebut dimanfaatkan sebagai prekursor kalsium (Ca) dalam proses sintesis hidroksiapatit (Khoirudin, 2015). Setelah tahapan kalsinasi, serbuk tulang sapi diproses melalui metode sol-gel dan sintering. Tahap akhir berupa karakterisasi dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengidentifikasi tingkat kemurnian, kristalinitas, dan ukuran partikel, serta *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat morfologi permukaan material.

Hasil Uji X-Ray Diffraction (XRD) Uji karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) dilakukan dengan tujuan untuk mengidentifikasi fase-fase kristalin yang terbentuk pada setiap material hasil sintesis. Dalam proses ini, pola-pola puncak difraksi dari hidroksiapatit (HA) yang dihasilkan dibandingkan dengan data standar hidroksiapatit stoikiometrik yang tercatat dalam basis data JCPDS No. 09-432.

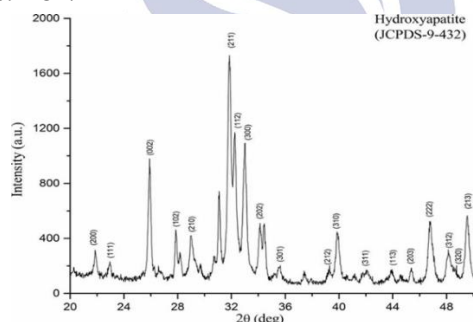


Figure 4. JCPDS 09-432

Berdasarkan temuan Suryadi (2011), puncak intensitas tertinggi dari hidroksiapatit umumnya muncul pada bidang kristal 121, 211, dan 300, dengan posisi sudut 2θ berada di kisaran $31,70^\circ$ hingga $32,84^\circ$, serta intensitas maksimum mencapai 1000. Lebih lanjut, menurut Ningsih (2014), tingkat kristalinitas hidroksiapatit dapat diketahui dari intensitas dan ketajaman puncak pada grafik difraksi—semakin tajam dan tinggi puncaknya, maka semakin tinggi pula derajat kristalinitas material tersebut.

Sampel bubuk hidroksiapatit tulang sotong diuji menggunakan spektrum XRD pada sudut 2θ , yang berada di antara 10°

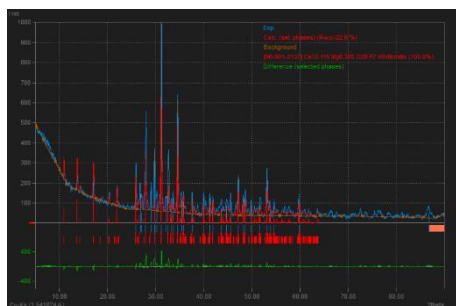


Figure 6. Hasil XRD 550°

dan 80° . Uji difraksi sinar-X menghasilkan temuan berikut.

Dalam penelitian ini, karakterisasi dilakukan pada sampel serbuk hidroksiapatit berbahan dasar tulang sapi menggunakan instrumen XRD dalam rentang sudut 2θ

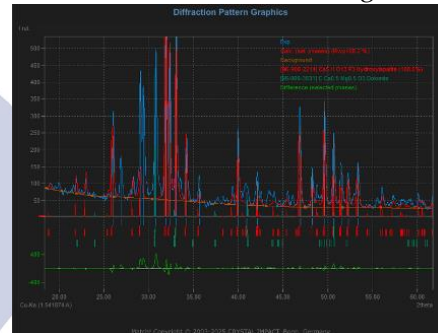


Figure 7. Hasil XRD 750°

antara 10° hingga 80° . Pada sampel yang telah disintering pada suhu 550°C , puncak awal hidroksiapatit terdeteksi pada sudut $17,19^\circ$, sementara puncak tertinggi tercatat pada sudut $28,20^\circ$.

Sedangkan pada suhu sintering 750°C , puncak awal muncul pada sudut $10,48^\circ$, dan puncak tertinggi terletak pada sudut $30,30^\circ$. Untuk sampel yang disintering pada suhu 950°C , puncak hidroksiapatit pertama mulai terlihat, meskipun data lengkap mengenai sudut pastinya belum tercantum secara rinci.

Secara umum, hasil difraksi sinar-X dari ketiga variasi suhu menunjukkan pola puncak intensitas yang memiliki kemiripan dengan pola difraksi hidroksiapatit standar berdasarkan JCPDS No. 09-432. Kemiripan ini mengindikasikan bahwa senyawa yang

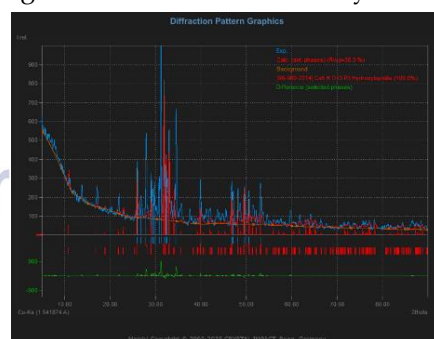


Figure 5. Hasil XRD 950°

terbentuk melalui proses sintesis menggunakan tulang sapi sebagai sumber kalsium merupakan hidroksiapatit (HAp), yang berhasil terbentuk melalui metode sol-gel dan perlakuan sintering pada berbagai suhu.

a. Kemurnian

Tingkat kemurnian hidroksiapatit hasil sintesis merupakan salah satu parameter penting dalam mengevaluasi kualitas material yang dihasilkan. Untuk menentukan tingkat kemurnian tersebut, dilakukan analisis dengan membandingkan pola puncak difraksi sinar-X (XRD) dari sampel hidroksiapatit terhadap data referensi standar yang tersedia dalam perangkat lunak MATCH!.

b. Kristalinitas

Persentase kristalinitas memiliki peran penting dalam menentukan sifat mekanik dari hidroksiapatit yang dihasilkan. Semakin tinggi tingkat kristalinitas, maka semakin baik pula kualitas material yang dihasilkan. Oleh karena itu, untuk memperoleh nilai kristalinitas yang akurat, digunakan perangkat lunak Origin sebagai alat bantu analisis. Perhitungan persentase kristalinitas dilakukan menggunakan rumus tertentu yang sesuai dengan standar karakterisasi material kristalin.

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

No.	Suhu	Krisalinitas
1.	550°	92,05%
2.	750°	85,33%
3.	950°	46,23%

Figure 8. Hasil perhitungan kristalinitas hidroksiapatit tulang sapi

Dari 3 sampel tersebut menunjukkan telah melampaui batas standar ISO 13779-1:2008 tentang hidroksiapatit yaitu 50%.

c. Ukuran Partikel

Ukuran partikel dari hidroksiapatit berbahan dasar tulang sapi dapat ditentukan melalui analisis pola difraksi sinar-X (XRD), khususnya dengan mengamati intensitas puncak-puncak pada sudut 2 θ . Semakin besar ukuran partikel, maka puncak yang terbentuk akan menunjukkan intensitas yang lebih tinggi, yang secara langsung juga berkontribusi terhadap peningkatan tingkat kristalinitas material (Hartanto, 2015). Untuk menghitung ukuran butir dari serbuk tulang sapi tersebut, digunakan persamaan Debye-Scherrer yang umum digunakan dalam analisis kristalografi:

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

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 dari perhitungan ukuran kristal dari sampel hidroksiapatit tulang sapi:

No.	Suhu	Ukuran (nm)
1.	550°	20.65
2.	750°	33.07
3.	950°	55.03

Figure 9. Hasil perhitungan ukuran kristal hidroksiapatit tulang sapi

Hasil Uji Scanning Electron Microscope (SEM)

Analisis menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) dilakukan guna mengamati morfologi atau bentuk butiran partikel dari serbuk hidroksiapatit, dengan menggunakan perbesaran sebesar 2500 kali.

Pada sampel hidroksiapatit yang disintesis dari tulang sapi pada suhu 550°C, morfologi permukaannya menunjukkan struktur berpori dan bertekstur butiran, yang menandakan bahwa komponen organik dalam tulang telah mengalami degradasi akibat proses pemanasan.

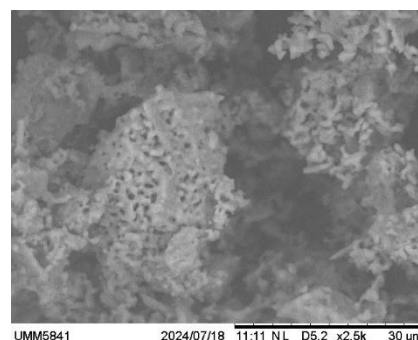


Figure 10. Hasil uji SEM 550°

Berdasarkan hasil pengamatan SEM, tulang sapi yang disintering pada suhu 950°C memperlihatkan struktur mikro yang padat, dengan partikel-partikel yang saling terikat erat serta porositas yang sangat sedikit. Kondisi ini disebabkan oleh suhu pemanasan yang tinggi selama proses sintering.

PEMBAHASAN

a. Kemurnian

Aspek paling krusial dalam proses sintesis serbuk tulang sapi adalah tingkat kemurniannya. Semakin murni hidroksiapatit sintetik yang dihasilkan, maka semakin tinggi pula kualitasnya berdasarkan acuan data dari JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction*

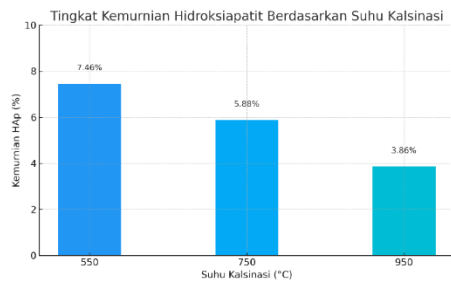


Figure 11. Grafik kemurnian hidroksiapatit sintetik

Standards)

Berdasarkan grafik di atas, pada suhu 550°C terlihat bahwa tingkat kemurnian hampir sempurna karena sebagian besar senyawa organik telah berubah menjadi mineral. Pada suhu 750°C terjadi penurunan kemurnian secara signifikan, yang menunjukkan bahwa kontaminan organik telah banyak tereliminasi. Namun, pada suhu 950°C, kemurnian justru menurun kembali, disebabkan oleh suhu tinggi yang menghilangkan senyawa CaO, termasuk hidroksiapatit.

b. Kristalinitas

Berdasarkan hasil penelitian yang menggunakan uji spektrum XRD (X-Ray Diffraction), diperoleh bahwa kristalinitas pada empat sampel serbuk tulang sapi menunjukkan nilai tertinggi saat proses sintering dilakukan pada suhu 550°C, yaitu sebesar 92%.

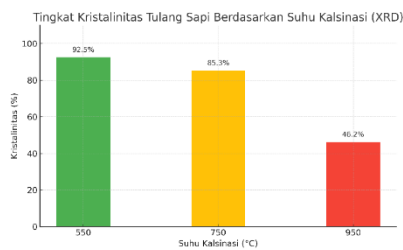


Figure 12. Grafik kristalinitas hidroksiapatit pada tingkatan suhu

Sementara itu, nilai kristalinitas terendah ditemukan pada sampel yang dikalsinasi pada suhu 950°C, yakni sebesar 46%. Kristalinitas fasa apatit ini berpengaruh langsung terhadap kekuatan mekanik dari material scaffold (rangka jaringan). Semakin tinggi tingkat kristalinitas suatu material, maka semakin besar

pula kontribusinya terhadap peningkatan kekuatan mekaniknya (Wopenka & Pasteris, 2005).

c. Ukuran Partikel

Berdasarkan hasil pengujian sampel menggunakan spektrum XRD (difraksi sinar-X), dapat dilakukan analisis terhadap ukuran dan diameter partikel (dalam nanometer) dari serbuk tulang sapi.

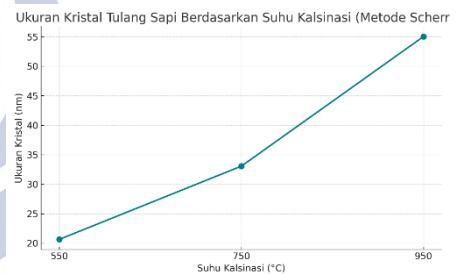


Figure 13. Ukuran serbuk tulang sapi

Pada suhu 550°C, ukuran kristal masih tergolong sangat kecil yakni sekitar 20,65 nm, yang menunjukkan bahwa proses mineralisasi belum berlangsung secara optimal. Ketika suhu dinaikkan menjadi 750°C, ukuran kristal mengalami peningkatan signifikan hingga mencapai 33,07 nm, menandakan adanya pertumbuhan dan penataan ulang struktur kristal. Sementara itu, pada suhu 950°C, ukuran kristal mencapai 55,03 nm, yang mencerminkan terbentuknya struktur kristal yang lebih besar dan stabil.

d. Morfologi

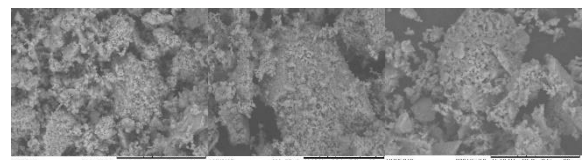


Figure 14. Morfologi dari beberapa variasi sample suhu

Berdasarkan analisis hasil uji SEM (Scanning Electron Microscope) pada suhu 550°C, permukaan sampel menunjukkan morfologi berpori dan berbutir, yang mencerminkan ciri khas tulang yang telah mengalami degradasi material organik akibat proses pemanasan.

Teramati adanya penggabungan partikel-partikel kecil yang membentuk gumpalan dengan struktur tidak beraturan. Struktur padat dan berlapis yang muncul mengindikasikan bahwa proses mineralisasi telah berlangsung setelah pembakaran. Suhu 550°C sudah cukup untuk menghilangkan sebagian besar kandungan organik seperti kolagen dan lemak,

sehingga yang tersisa dominan adalah mineral tulang seperti hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$). Struktur berpori ini menunjukkan bahwa sebagian jaringan internal tulang masih dipertahankan, meskipun sudah mengalami rekristalisasi sebagian.

Pada suhu 750°C, tampilan permukaan sampel menjadi lebih padat dan homogen dibandingkan suhu sebelumnya. Partikel-partikel halus lebih mendominasi, yang mengindikasikan bahwa hampir seluruh senyawa organik telah terdegradasi, dan yang tersisa adalah komponen mineral tulang, khususnya hidroksiapatit. Terdapat aglomerasi butiran halus menjadi gumpalan kecil yang tidak terlalu kasar, sementara porositas menurun sebagai indikasi terjadinya pemadatan awal akibat proses sintering. Permukaan terlihat lebih bersih dan terdefinisi jelas, menandakan bahwa zat volatil dan karbon organik telah sepenuhnya terbakar.

Pada suhu 950°C, morfologi permukaan tampak lebih halus dan padat dibandingkan dengan suhu yang lebih rendah. Partikel-partikel mulai menyatu atau melebur sebagian, menandakan berlangsungnya proses sintering lanjutan. Porositas semakin berkurang dan permukaan menjadi lebih kompak. Terbentuk massa padat (bulk) akibat penggabungan partikel, yang menunjukkan bahwa kristal mengalami penyusunan ulang dan permukaan mungkin telah melebur sebagian.

Hal ini menandakan bahwa kandungan organik telah sepenuhnya hilang dan struktur mineral mencapai kestabilan termal yang tinggi. Temuan ini sejalan dengan penelitian Pratama & Irfa'i (2023) dalam studi berjudul "Pengaruh Suhu dan Waktu Kalsinasi Terhadap Kemurnian Hidroksiapatit Berbasis Tulang Sapi dengan Metode Presipitasi", di mana morfologi terbaik ditunjukkan oleh sampel dengan tingkat kemurnian dan kristalinitas tinggi yang memiliki bentuk granular mendekati sferis serta jarak antar partikel yang rapat. Penelitian lain juga mendukung bahwa semakin tinggi suhu sintering, semakin besar energi yang diterima atom untuk berdifusi dan beraglomerasi, sehingga ukuran kristal membesar dan ikatan antar atom menjadi lebih kuat dan teratur (Ireka et al., 2018).

PENUTUP

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian mengenai pengaruh variasi suhu sintering terhadap tingkat kemurnian hidroksiapatit yang berasal dari cangkang telur ayam ras menggunakan metode sol-gel, maka dapat disimpulkan hal-hal sebagai berikut:

Variasi suhu sintering pada proses sol-gel memiliki pengaruh terhadap tingkat kemurnian dan kristalinitas hidroksiapatit yang dihasilkan. Dari uji XRD sample dengan variasi suhu 550 memiliki

tingkat kemurnian 94,2% dengan tingkat kristalinitas sebesar 92,5%.

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 serta meningkatnya ukuran partikel seiring meningkatnya variasi suhu. Bentuk terbaik dan juga kerapatan antar partikel terbaik terjadi pada sample dengan variasi suhu 550.

Saran

Penelitian ini berhasil menghasilkan sintesis hidroksiapatit yang menunjukkan kualitas yang cukup baik sebagai kandidat bahan biomaterial. Berdasarkan temuan tersebut, peneliti menyampaikan beberapa saran untuk pengembangan penelitian di masa mendatang:

Berdasarkan data sampel pada variasi suhu 750°C hingga 950°C yang menunjukkan penurunan kemurnian dan kristalinitas, maka diperlukan studi lanjutan dengan pengaturan variasi waktu pada rentang suhu tersebut guna memperoleh kondisi optimum.

Disarankan pada penelitian berikutnya untuk menggunakan wadah keramik yang dilengkapi penutup saat proses kalsinasi, guna meminimalisir gangguan (noise) pada hasil pengujian XRD yang dapat menyebabkan munculnya fasa-fasa tidak diinginkan dan menghambat pembentukan hidroksiapatit murni.

1. Untuk memperoleh hasil XRD yang optimal, penting untuk memastikan bahwa seluruh peralatan dalam proses sol-gel bersih dan kering, agar terhindar dari kemungkinan kontaminasi silang oleh zat asing yang dapat mempengaruhi hasil karakterisasi.
2. Dari hasil pengujian diatas untuk lebih diperhatikan kembali untuk berat serbuk tulang sapi agar pada proses kalsinasi dan sintering mendapatkan hasil yang sesuai.
3. Dalam uji XRD dan SEM senyawa hidroksiapatit dapat digunakan untuk sel pengganti atau disebut juga sel-scaffold.

DAFTAR PUSTAKA

- Afifah, F., & Cahyaningrum, S. E. (2020). Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi (Bos Taurus) Menggunakan Teknik Kalsinasi Synthesis And Characterization Of Hydroxyapatite From Cow Bones (Bos Taurus) Using Calcination Techniques. *UNESA Journal of Chemistry*, 9(3).
- Agbabiaka, O G et al. 2020. "Effect of Calcination Temperature on Hydroxyapatite Developed

- from Waste Poultry Eggshell." *Scientific African* 8:
- Cisneros-Pineda, Olga G et al. 2014. "Towards Optimization of the Silanization Process of Hydroxyapatite for Its Use in Bone Cement Formulations." *Materials science & engineering. C, Materials for biological applications* 40: 157-63.
- Eko Siswoyo, and . Gunawan. 2018. "Synthesis and Characterization Hydroxyapatite From Calcium Oxide (Cao) Chicken Egg Shell With Precipitation Method." *MATTER: International Journal of Science and Technology* 4(2): 40-45.
- Elma, Muthia. 2018. "Proses Sol-Gel: Analisis, Fundamental Dan Aplikasi."
- Girão, Ana Violeta, Gianvito Caputo, and Marta C Ferro. 2017. "Chapter 6 - Application of Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)." In *Characterization and Analysis of Microplastics*, eds. Teresa A P Rocha-Santos and Armando C B T - *Comprehensive Analytical Chemistry* Duarte. Elsevier, 153-68.
- Mondal, B, S Mondal, A Mondal, and N Mandal. 2016. "Fish Scale Derived Hydroxyapatite Scaffold for BoneTissueEngineering." *Materials Characterization* 121: 112-24.
- Nurfiana, F, A Kadarwati, and S Putra. 2020. "Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from Duck Eggshell Modified Silver by Gamma Radiolysis Method." *Journal of Physics: Conference Series* 1436(1): 012099.
- Pal, Anindya et al. 2017. "Synthesis of Hydroxyapatite from Lates Calcarifer Fish Bone for Biomedical Applications." *Materials Letters* 203: 89-92.
- Pudjoatmodjo, Bambang, and Rahmadi Wijaya. 2016. "Tes Kegunaan (Usability Testing) Pada Aplikasi Kepegawaian Dengan Menggunakan System Usability Scale (Studi Kasus: Dinas Pertanian KabupatenBandung)." *SEMNASTEKNOMEDIA ONLINE* 4(1): 2-9.
- Puspita, Wiana Fenty, and Sari Edi Cahyaningrum. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras (Gallus Gallus) Menggunakan Metode Pengendapan Basah." *UNESA Journal of Chemistry* 6(2): 100-106.
- R. Ruslan. 2015. "Pengujian Struktur Kristal Biokeramik Untuk Bahan Gigi Tiruan." : 1-8.
- Ranamanggala, Jonathan Angelo, Dewinta Intan Laily, Yossy Nur Annisa, and Sari Edi Cahyaningrum. 2020. "Potensi Hidroksiapatit Dari Tulang Ayam Sebagai Pelapis Implan Gigi." *Jurnal Kimia Riset* 5(2): 141.
- Ratminingsih, Ni Made. 2010. "Penelitian Eksperimental Dalam Pembelajaran Bahasa Kedua." *Prasi* 6(11): 31-40.
- Sabir, Asmeati, Hammada Abbas, Ahmad Yusran Amini, and Sapta Asmal. 2021. "Characterization of Duck Egg Shells and Bioceramic Materials in Making Denture Applications." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 1088(1): 012116.
- Subyanto, Affandy. 2015. "Pengaruh Suhu Artificia Aging Terhadap Sifat Mekanis Dan Struktur Mikro Komposit Al-Mg-Si." : 57.
- 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.
- Rahman, S., & Toifur, M. (2016). Rancangan eksperimen analisis struktur mikro sampel dengan prinsip xrd menggunakan metode kristal berputar. *JRKPF UAD*, 3(1), 5-9.
- Khoirudin, M. (2015). Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) Dari Kulit Kerang Darah (Anandara Granosa) Dengan Proses Hidrotermal. *Jom FTEKNIK*, 2(2): 1-8.
- Hartanto.D, Purbaningtyas, Esti, Prasetyo.D, (2011). Karakterisasi Stuktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disentesis dengan Variasi Waktu Aging. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 22, No. 1, pp. 80-90.
- Wopenka B dan Pasteris JD. (2005). A mineralogical perspective on the apatite in bone. *Journal of Materials Science and Engineering*. 25(2): 131-14