

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG KEPITING (*scylla serrata*) DENGAN METODE PENGENDAPAN BASAH

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYAPATITE OF CRABS SHELL (*scylla serrata*) BY WET APPLICATION METHOD

Dicky Supangat* and Sari Edi Cahyaningrum

Departement of Chemistry, Faculty of Matematics and Natural Sciences

State University of Surabaya

Jl. Ketintang Surabaya (60231), telp 031-8298761

*Corresponding author, email: dickysupangat@mhs.unesa.ac.id

Abstrak. Hidroksiapatit dapat disintesis dengan sumber kalsium berasal dari cangkang kepiting dengan metode penambahasan fosfat secara single drop. Cangkang kepiting yang dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 5 jam dari hasil analisis menggunakan XRD menghasilkan fasa utama berupa Ca(OH)₂. Larutan H₃PO₄ ditambahkan kedalam larutan (CaOH)₂ secara single drop. Dilakukan aging selama 24 jam dan digunakan suhu sintering 900°C selama 2 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD menghasilkan fasa utama berupa hidroksiapatit dengan kristanilitas sebesar 83.98%. Analisis dengan FTIR menunjukkan gugus utama hidroksiapatit hasil sintesis berupa PO₄³⁻. Analisis dengan SAA menunjukkan luas permukaan hidroksiapatit sebesar 0,50 m²/g, ukuran pori sebesar 123,20 nm, dan volume pori sebesar 31,02 mm³/g. Analisis dengan SEM menunjukkan morfologi hidroksiapatit berupa bongkahan dengan pori yang tersebar merata dan hasil uji tekan menunjukkan kekuatan tekan Hidroksiapatit sebesar 56,92 Mpa.

Kata Kunci: hidroksiapatit, cangkang kepiting, single drop.

Abstract. Hydroxyapatite can be synthesized with a calcium source derived from a crab shell with a single drop phosphate method. The calcined crab shell at 1000 °C for 5 hours from the analysis using XRD resulted in the main phase of Ca (OH)₂. H₃PO₄ solution is added to solution (CaOH)₂ in single drop. Conducted aging for 24 hours and used sintering temperature 900 °C for 2 hours. The synthesized results were characterized using XRD resulting in a hydroxyapatite main phase with crystallinity of 83.98%. The analysis with FTIR shows the main hydroxyapatite group of synthesized form of PO₄³⁻. Analysis with SAA showed a hydroxyapatite surface area of 0.50 m² / g, a pore size of 123.20 nm, and a pore volume of 31.02 mm³ / g. The analysis with SEM shows the hydroxyapatite morphology in the form of chunks with uniformly distributed pores and the result of the compressive test shows a hydroxyapatite compressive strength of 56.92 MPa.

Key words: hydroxyapatite, crab shell, single drop.

PENDAHULUAN

Bidang medis merupakan salah satu bidang yang mengalami perkembangan pesat. Salah satu perkembangan pesat dalam dunia medis adalah penelitian tentang biomaterial. Biomaterial merupakan material yang digunakan untuk menggantikan atau memperbaiki jaringan atau organ yang rusak atau hilang [1].

Salah satu biomaterial yang belakangan ini banyak disintesis untuk keperluan tersebut adalah biokeramik, khususnya Hidroksiapatit (HAp) [2]. Hidroksiapatit (HAp) memiliki struktur kristal yang identik dengan tulang [3], serta bersifat *biocompatible* dan *bioactive*, sehingga sangat tepat digunakan bahan implan tulang [4]. Sifat *biocompatible* dari HAp adalah kemampuan untuk menyesuaikan diri dengan tubuh [5] dan tidak

adanya penolakan oleh jaringan tubuh [6]. Sifat *bioactive* dari HAp adalah dapat berikatan dengan jaringan tulang dan memberikan respon biologis spesifik [1] yaitu dapat menstimulasi sel osteoblast untuk membentuk jaringan tulang baru sehingga dapat membantu proses regenerasi tulang [3].

HAp merupakan material utama penyusun tulang dan gigi [7] dan merupakan senyawa kalsium fosfat yang paling stabil. Rumus kimia HAp adalah Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ dengan rasio molar Ca/P sebesar 1,67 [8]. Kelebihan HAp adalah berpori, *bioactive*, *biocompatible*, dan tidak korosif [9]. Pembuatan HAp dapat dilakukan menggunakan sumber-sumber kalsium sintetik dan alami [1]. Sumber kalsium sintetik yang umumnya digunakan untuk sintesis HAp adalah CaO [10], Ca(NO₃)₂, Ca(OH)₂, CaCO₃ [11], dan CaCl₂ [12]. Sumber kalsium alami yang

digunakan untuk sintesis HAp umumnya mempunyai kadar kalsium yang tinggi diantaranya, gypsum alam [13], tulang sapi [14], cangkang telur ayam ras dan ayam kampung [15], cangkang kerang rangga [9], dan cangkang kepiting. Sintesis HAp dari bahan alami lebih baik karena bahan tersebut dapat meningkatkan sifat *bioactive* dan *biocompatible* [9].

Pada penelitian ini, sumber kalsium yang digunakan dalam sintesis HAp adalah cangkang kepiting. Pemanfaatan kepiting di masyarakat masih terbatas untuk keperluan makanan, dengan memanfaatkan dagingnya saja sedangkan cangkangnya dibuang. Limbah cangkang kepiting dapat menimbulkan pencemaran udara dan tanah. Limbah cangkang kepiting mengandung senyawa kalsium (CaCO_3) yang cukup tinggi, yaitu sekitar 53-78% dari berat cangkang keringnya [16], tingginya kadar kalsium ini dapat digunakan sebagai bahan HAp. Dengan kandungan CaCO_3 yang besar, cangkang kepiting dapat digunakan sebagai prekursor CaO dengan cara dikalsinasi pada suhu 1000°C . kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan ion karbonat yang dapat mengganggu proses sintesis [17].

HAp dapat disintesis dengan beberapa metode, di antaranya metode kering, sol gel, hidrotermal, dan metode pengendapan basah [5]. Sintesis HAp dengan metode pengendapan basah memiliki banyak keunggulan, seperti hasil sampingnya berupa air, dan kemungkinan kontaminasi selama pengolahan sangat rendah, sehingga dalam prosesnya akan menghasilkan HAp dengan tingkat kemurnian yang cukup tinggi [6], selain itu biaya yang dikeluarkan relatif murah, dan pengerjaannya mudah [18]. Keuntungan lain dari metode pengendapan basah yaitu reaksinya sederhana, cocok untuk industri skala besar, dan tidak mencemari lingkungan [19].

HAp hasil sintesis dikarakterisasi secara fisika dan kimia. Karakterisasi secara kimia dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR untuk melihat gugus fungsi HAp dan difraktometer sinar-X (XRD) untuk melihat fasa-fasa kristal yang terbentuk, sedangkan karakterisasi secara fisika menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) untuk melihat kristanilitas, *Surface area analyzer* (SAA) untuk melihat luas permukaan dan ukuran pori, morfologi permukaan menggunakan mikroskop elektron (SEM) dan dilakukan uji kuat tekan untuk melihat ketahanan sampel terhadap tekanan.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan adalah Alat-alat gelas kimia, Pipet tetes, Termometer, Magnetic Stirrer, Oven,

Tnur, pH meter, Neraca analitik, Instrumen *Fourier Transform Infrared* (FT-IR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) *Surface area analyzer* (SAA), dan alat uji kuat tekan (*Autograph*).

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Sampel cangkang kepiting, H_3PO_4 , NaOH, Akuademin, HNO_3 12M.

PROSEDUR PENELITIAN

Preparasi Serbuk Cangkang Kepiting

Cangkang kepiting dicuci dengan air dan disikat hingga bersih, dikeringkan di bawah sinar matahari sampai kering. Cangkang kepiting yang telah kering, kemudian dihaluskan menggunakan mortar-alu, blender dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh. Serbuk yang dihasilkan disimpan dalam tempat tertutup [2].

Kalsinasi Cangkang Kepiting

Serbuk cangkang kepiting ditimbang sebanyak 8 gram dan dikalsinasi dengan tanur suhu 1000°C selama 5 jam. Serbuk yang telah dikalsinasi, dipindahkan ke desikator dan ditimbang massanya sampai konstan [2].

Sintesis Hidroksiapatit

Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan cara mereaksikan prekursor kalsium dan prekursor fosfat dengan perbandingan konsentrasi molar Ca/P 1,67. Larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 0,5 M sebanyak 100 ml dimasukkan kedalam gelas kimia. Kemudian ditambah 100ml asam fosfat 0,3 M dengan sekali penambahan kemudian mulut gelas kimia ditutup menggunakan alumunium foil sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 1 mot selama 30 menit.

Campuran tersebut kemudian diaduk dengan kecepatan 2 mot selama 1 jam pada suhu 60°C . Suspensi diaduk kembali dengan kecepatan 1 mot pada suhu ruang selama 2 jam. Suspensi selanjutnya ditambahkan NaOH 2 M tetes demi tetes, sambil pH dimonitor menggunakan pH meter elektrik hingga pH 10, sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 2 mot.

Suspensi didiamkan (aging) pada suhu kamar selama 24 jam untuk menumbuhkan kristal HAp. Endapan disaring menggunakan corong buchner kemudian dicuci dengan akuademin sampai netral. Endapan setelah itu dicuci dengan alkohol secara merata kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C minimal selama 2 jam kemudian ditimbang, pengeringan diulangi sampai berat konstan. HAp yang terbentuk ditumbuk dengan mortar-alu diayak dengan ukuran 200 mesh

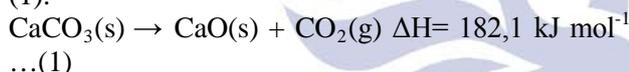
kemudian ditambahkan HNO₃ 12M sebanyak 2 mL. Setelah ditambahkan HNO₃, dimasukkan dalam tanur 900°C dengan waktu penahanan selama 2 jam. Kristal dibiarkan dingin dalam tanur selama 24 jam, dipindahkan dalam desikator, dan ditimbang massanya. Setelah terbentuk hidroksiapatit, sampel dikarakterisasi menggunakan 5 instrumen yaitu *Fourier transform infrared* (FT-IR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Surface area analyzer* (SAA), dan uji kuat tekan (Suryadi, 2011).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi dan kalsinasi cangkang kepiting

Limbah cangkang kepiting dicuci untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada cangkang kepiting kemudian jemur di bawah sinar matahari sampai kering untuk mengurangi kadar air.

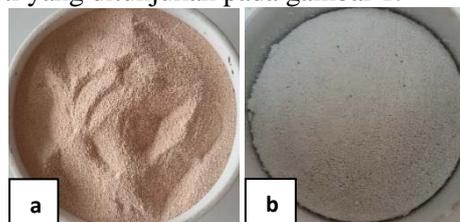
Cangkang kepiting yang telah kering ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh agar menghasilkan ukuran serbuk yang homogen sehingga hasil kalsinasi cangkang kepiting maksimal. Kalsinasi bergantung pada ukuran dan lama pemanasan yang digunakan [14]. Cangkang kepiting selanjutnya dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 5 jam, hal ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik, dan menguraikan CaCO₃ menjadi CaO dan CO₂ yang terkandung dalam cangkang kepiting. Sesuai dengan persamaan (1):



Panas yang dihasilkan tanur membuat ikatan kimia menjadi renggang dan atom yang berikatan bergerak bebas sehingga senyawa akan lepas sesuai dengan titik didihnya. Air dan zat organik yang terkandung dalam cangkang kepiting mengalami penguraian, hal ini ditandai dengan keluarnya bau yang tidak sedap pada tanur pada rentang suhu kalsinasi. Zat organik yang terkandung didalam cangkang kepiting diantaranya protein dan kitin[20]. Dari data DTA kalsinasi cangkang telur bebek pada penelitian Sari (2013) [21] mengungkapkan bahwa CO₂ dari CaCO₃ akan lepas pada suhu 700 sampai 850 °C ditandai dengan perubahan massa yang signifikan pada suhu tersebut dan CaO stabil pada suhu 850 sampai 1000 °C.

Setelah dikalsinasi cangkang kepiting didinginkan secara perlahan dengan cara didinginkan di dalam tanur selama semalam sampai mencapai suhu ruang, karena penurunan panas yang mendadak dapat menyebabkan material mengalami thermal shock mengakibatkan struktur material menjadi tidak stabil.

Cangkang kepiting yang telah dikalsinasi mengalami perubahan warna dari serbuk jingga keabu-abuan menjadi putih keabu-abuan hal ini menandakan bahwa cangkang kepiting telah mengalami dekomposisi *thermal* menjadi CaO seperti yang ditunjukkan pada gambar 1.

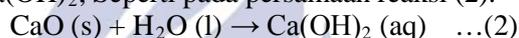


Gambar 1. Cangkang kepiting sebelum kalsinasi (a) dan cangkang kepiting setelah kalsinasi (b)

Cangkang kepiting yang dikalsinasi memiliki rendemen CaO sebesar 38,20 %.

Sintesis HAp

Serbuk cangkang kepiting hasil kalsinasi direaksikan dengan H₂O untuk menghasilkan larutan Ca(OH)₂, Seperti pada persamaan reaksi (2):

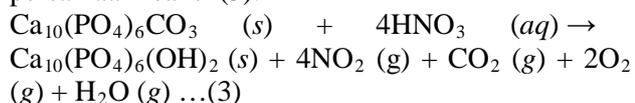


Larutan Ca(OH)₂ direaksikan dengan H₃PO₄ dengan metode single drop (sekali penambahan). Diakhir penambahan larutan menghasilkan pH 5 Metode penambahan asam dalam reaksi ini mempengaruhi kesetimbangan reaksi [8].

Larutan kemudian diaduk dengan suhu 60 °C selama 1 jam menghasilkan larutan dengan pH 7. Berdasarkan penelitian [22] sintesis HAp yang dilakukan pada suhu dibawah 40 °C menghasilkan struktur amorf. Suhu dibawah suhu 60 °C juga akan menghasilkan struktur monoklinik sedangkan HAp yang memiliki struktur seperti tulang yaitu heksagonal, yang dapat diperoleh pada suhu sintesis 60 °C [6]. Selanjutnya larutan diaduk lagi selama 2 jam untuk meningkatkan homogenitas larutan dan menurunkan suhu larutan menghasilkan larutan dengan pH 7. pH larutan diatur dengan cara ditambahkan NaOH tetes demi tetes sambil diaduk dengan kecepatan 2 mot sampai mencapai pH 10, hal ini dikarenakan pembentukan fasa HAp setabil pada pH 10 [23]. Kemudian kedua larutan diaging selama 24 jam pada suhu ruang untuk menumbuhkan Kristal [24]

Larutan hasil aging didekantasi, selanjutnya dimasukkan dalam corong Buchner kemudian NaOH dihilangkan dengan cara dicuci menggunakan aquades sampai pH 7, selanjutnya dibilas dengan alkohol, untuk memaksimalkan proses pencucian. Alkohol dapat mengikat molekul air dan melarutkan pengotor yang tidak larut dengan air. Alkohol lebih mudah menguap jika dibandingkan dengan air

sehingga sampel akan lebih mudah kering dan tidak menempel satu sama lain. Endapan kemudian di oven pada suhu 110 °C untuk mengurangi kadar air. Endapan yang telah kering dihaluskan kemudian dimasukkan ke dalam cawan crusibel, ditambah 2ml HNO₃ 12M untuk menghilangkan karbonat dan untuk memaksimalkan pembentukan HAp saat proses sintering berlangsung [2]. Seperti pada persamaan reaksi (3):



Serbuk kemudian disintering pada suhu 900 °C untuk menghilangkan karbonat, memaksimalkan proses pembentukan HAp [2], dan meningkatkan densitas HAp [23]. Persen hasil yang didapatkan dari sintesis HAp sebesar 81,41%.

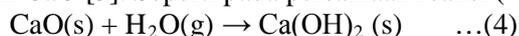
Karakterisasi fasa dan kristanilitas menggunakan XRD

Puncak sudut difraksi pada Tabel 1. menunjukkan CaO hasil kalsinasi didominasi fasa Ca(OH)₂ diperoleh puncak tertinggi pada sudut 2θ = 34,11° sesuai dengan database *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) no. 84-1263 dan fasa dominan kedua yaitu CaO dengan puncak tertinggi kedua pada sudut 2θ = 37,39° sesuai dengan JCPDS no. 37-1497.

Tabel 1. Hasil XRD puncak sudut difraksi CaO

Fasa	Puncak sudut difraksi 2θ (°)
Ca(OH) ₂	18,03
	28,75
	34,11
	47,03
	50,82
	54,45
	62,51
CaO	32,19
	32,85
	37,39
	53,94
	64,16
CaCO ₃	67,42
	31,70
	42,95

Adanya fasa Ca(OH)₂ disebabkan penyimpanan tidak dilakukan di tempat yang kering seperti di dalam desikator, CaO hasil kalsinasi mudah mengikat molekul air dikarenakan sifat higroskopis dari CaO [5]. Seperti pada persamaan reaksi (4):



Kadar Ca(OH)₂ yang tinggi dalam CaO hasil kalsinasi tidak mempengaruhi sintesis HAp

dikarenakan CaO direaksikan dengan air untuk membentuk Ca(OH)₂.

Fasa CaO hasil kalsinasi selain CaO dan Ca(OH)₂ juga terdapat fasa CaCO₃. Fasa CaCO₃ yang terdapat pada CaO-CK menandakan kalsinasi kurang maksimal sehingga masih terdapat CaCO₃ yang belum berubah menjadi CaO.

Tabel 2. Hasil XRD puncak sudut difraksi HAp

Fasa	Puncak Difraksi 2θ (°)	Sudut
Hidroksiapatit	31,73	
	32,14	
	32,84	
	34,02	
	39,73	
	42,87	
	46,63	
Apatit karbonat	25,87	
	28,08	
tricalcium bis(orthophosphate)	17,13	
	29,91	
	43,83	

Tabel 1. dan Tabel 2. menunjukkan perbedaan puncak sudut difraksi CaO hasil kalsinasi dengan HAp hasil sintesis. Perubahan puncak sudut difraksi tersebut menandakan bahwa HAp telah berhasil disintesis. HAp hasil sintesis memiliki fasa yang paling dominan berupa HAp. Berdasarkan JCPDS no. 09-0432 fasa HAp memiliki 4 puncak khas yaitu pada daerah 31,77°; 32,19°; 32,90°; 34,05° HAp hasil sintesis juga memiliki 4 puncak tersebut yaitu pada sudut 2θ = 31,73°; 32,14°; 32,84°; 34,02°.

HAp juga mengandung fasa lain berupa apatit karbonat. Apatit karbonat berasal dari Ion karbonat (CO₃²⁻) yang tersubstitusi ke dalam HAp [25]. Adanya ion karbonat ini kemungkinan berasal dari prekursor kalsium yaitu CaCO₃ karena dari hasil XRD CaO masih terdapat fasa CaCO₃. Ion karbonat juga dapat berasal dari CO₂ di udara yang dapat tersubstitusi ke HAp selama proses sintesis [6]. Adanya apatit karbonat dapat ditoleransi karena di dalam tulang juga terdapat fasa apatit karbonat [26]. Adanya karbonat yang tersubstitusi dalam HAp (karbonat apatit) akan meningkatkan pertumbuhan sel osteoblast dalam uji in vitro [27].

Sintesis HAp-SD menghasilkan fasa tricalcium bis(orthophosphate). Munculnya fasa tricalcium bis(orthophosphate) disebabkan karena rendahnya laju kesetimbangan reaksi pada metode *single drop* ditandai dengan penurunan pH yang signifikan diakhir penambahan asam fosfat. Jika dijadikan implan tricalcium bis(orthophosphate) memiliki kelarutan dalam tubuh yang lebih tinggi dibanding

HAp sehingga semakin besar kadar tricalcium bis(orthophosphate) maka implan semakin tidak stabil tetapi kadar tricalcium bis(orthophosphate) dapat meningkatkan bioaktifitas implan [23]. Pada penerapan implan tulang komposisi fasa HAp dan tricalcium bis(orthophosphate) sangat menentukan kualitas implan tulang [23].

Dari hasil difaktogram XRD CaO memiliki kristanilitas sebesar 77,19%, hal ini dikarenakan fasa yang paling dominan dalam CaO adalah Ca(OH)_2 . CaO bersifat higroskopis sehingga sangat reaktif terhadap gas H_2O yang berada di udara membentuk Ca(OH)_2 [14]. Keberadaan fasa Ca(OH)_2 dapat menurunkan kristanilitas CaO, Hal ini sesuai dengan penelitian [28] yang mendapatkan hasil kristanilitas CaO sebesar 91,85% dan Ca(OH)_2 sebesar 85,45%. Kristanilitas CaO berbeda dengan kristanilitas HAp hasil sintesis hal ini dikarenakan perbedaan fasa yang terdapat pada CaO-CK dan HAp hasil sintesis.

HAp hasil sintesis memiliki kristanilitas sebesar 83,98% yang lebih tinggi dibanding kristanilitas CaO. Hal ini menandakan bahwa struktur HAp lebih teratur dibanding CaO. Semakin tinggi Kristanilitas maka kekuatan mekanik semakin meningkat, kestabilan tinggi dan reaktifitas rendah [29].

Analisis Gugus Fungsional Menggunakan FTIR

Berdasarkan hasil analisis spektra FTIR CaO yang dianalisis menunjukkan serapan OH pada bilangan gelombang sekitar 3600 cm^{-1} , CO pada bilangan gelombang sekitar 1400 cm^{-1} dan 1700 cm^{-1} , serta CaO pada bilangan gelombang sekitar 400 cm^{-1} [14]. Gugus OH muncul sangat tajam pada bilangan gelombang $3644,05\text{ cm}^{-1}$, puncak yang tajam pada bilangan gelombang tersebut merupakan puncak khas OH dari Ca(OH)_2 [30].

Tabel 3. Spectra FTIR CaO dan HAp

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})	
	HAp	CaO
OH	3572,68	3644,05
	1458,85	1453,06
	1422,20	
	878,31	876,38
CO_3^{2-}	727,88	
	1042,25	1090,47
	974,75	
PO_4^{3-}	604,44	
	565,80	1051,89
	496,43	
Ca-O		569,72
		400,00

Puncak yang sangat kecil pada bilangan gelombang $1796,37\text{ cm}^{-1}$ merupakan stretching C=O

yang berasal dari karbonil dan puncak pada $1453,06\text{ cm}^{-1}$ merupakan stretching dari O-C-O. Serta vibrasi tekuk C-O dari gugus karbonat terdapat bilangan gelombang $876,38\text{ cm}^{-1}$. Puncak yang muncul pada bilangan gelombang pada daerah 875 cm^{-1} merupakan karakteristik dari CaCO_3 [14]. Puncak tinggi dan lebar pada daerah $500-400\text{ cm}^{-1}$ merupakan karakteristik dari Ca-O [31].

Spektra CaO juga terdapat puncak pada daerah $1090,47\text{ cm}^{-1}$ dan $1051,89\text{ cm}^{-1}$ kedua puncak tersebut merupakan puncak khas vibrasi asimetris dari PO_4^{3-} [14] adanya gugus tersebut dimungkinkan cangkang keping mengandung gugus fosfat.

Berdasarkan hasil spektra FTIR dari HAp yang dianalisis menunjukkan terdapat serapan OH pada bilangan gelombang daerah 3570 cm^{-1} , CO_3^{2-} pada daerah 1400 cm^{-1} , dan PO_4^{3-} pada daerah 1090 cm^{-1} , 960 cm^{-1} , 600 cm^{-1} , 560 cm^{-1} , dan 470 cm^{-1} [6]. Gugus OH muncul pada bilangan gelombang $3572,68\text{ cm}^{-1}$.

Ion karbonat tersubstitusi pada 2 posisi yaitu Posisi pertama, karbonat menggantikan OH^- membentuk apatit karbonat tipe A, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$, dan posisi kedua, karbonat menggantikan PO_4^{3-} membentuk apatit karbonat tipe B, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$ [28]. Hasil FTIR HAp menunjukkan pergeseran bilangan gelombang dari $633,37\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan daerah gugus OH ke bilangan gelombang $727,88\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan daerah gugus CO_3^{2-} , sehingga dapat disimpulkan gugus OH digantikan oleh gugus CO_3^{2-} membentuk apatit karbonat tipe A.

Gugus fosfat merupakan gugus yang memiliki puncak bilangan gelombang paling tajam dikarenakan gugus utama HAp merupakan gugus fosfat. gugus fosfat memiliki vibrasi bending asimetri ($\nu_4\text{-PO}_4^{3-}$) pada bilangan sekitar $550\text{--}600\text{ cm}^{-1}$, vibrasi bending ($\nu_2\text{-PO}_4^{3-}$) pada daerah sekitar $470\text{--}500\text{ cm}^{-1}$, vibrasi stretching fosfat ($\nu_1\text{-PO}_4^{3-}$) pada daerah sekitar $960\text{--}980\text{ cm}^{-1}$ dan daerah sekitar bilangan gelombang $1090\text{--}1030\text{ cm}^{-1}$ untuk vibrasi stretching asimetri fosfat ($\nu_3\text{-PO}_4^{3-}$) [14].

Analisis luas permukaan, ukuran pori, dan volume pori menggunakan SAA

Analisis menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA) digunakan untuk mengetahui luas permukaan, volume pori, dan ukuran pori dengan menggunakan metode BET. Pengujian dilakukan dengan adsorpsi gas N_2 kedalam sampel. Data hasil BET disajikan dalam Tabel 4.

Tabel 4. Data hasil SAA

Hasil SAA	HAp
Luas permukaan (m^2/g)	0,50

Ukuran pori (nm)	123,20
Volume pori (mm ³ /g)	31,02

Data hasil SAA menunjukkan luas permukaan HAp sebesar 0,50 m²/g. Besarnya luas permukaan berhubungan dengan besarnya interaksi HAp dengan jaringan tulang. Semakin besar interaksi yang terjadi maka sifat bioaktif implan akan meningkat (Bang et al., 2015). Interaksi terjadi antara permukaan HAp dengan permukaan tulang serta adsorpsi protein untuk membentuk pertumbuhan tulang [32].

Dari hasil SAA HAp memiliki ukuran pori sebesar 123,20 nm dan volume pori sebesar 31,02 mm³/g. Ukuran dan volume pori berpengaruh terhadap peluang masuknya cairan jaringan ikat kedalam implan sehingga akan mempengaruhi ikatan yang terjadi antara implan dengan tulang [33].

KESIMPULAN

HAp dapat disintesis menggunakan sumber kalsium dari cangkang kepiting dengan metode penambahan fosfat secara *single drop*. Rendahnya laju kesetimbangan reaksi dengan metode *single drop* yang ditandai dengan penurunan pH yang signifikan dapat menghasilkan fasa trikalsium bis (orthophosphate).

DAFTAR PUSTAKA

- Dahlan, Kiagus. (2013). Potensi Kerang Ranga sebagai Sumber Kalsium dalam Sintesis Biomaterial Substitusi Tulang. Lampung: *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 2013.
- Ningsih, Rini Purwo., Wahyuni, Nelly., Destiarti, Lia. (2014). Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Kepah (Polymesoda Erosa) dengan Variasi Waktu Pengadukan. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 3 (1): 22-26.
- Ardhiyanto, Hengky Bowo. (2013). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit Puger Kabupaten Jember Sebagai Material Bone Graft. *Penelitian dosen pemula*. Jember: Universitas Jember.
- Wahdah, I'anutul, Sri Wardhani, dan Darjito. 2014. Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Pengendapan Basah. *Kimia Student Journal*, Vol 1, No. 1, pp 92-97, Universitas Brawijaya Malang.
- Ardabilly, Trias. (2013). Sintesis Hidroksiapatit Berbasis Limbah Cangkang Keong Sawah (*Bellamyia javanica*) dan Modifikasi Pori Menggunakan Gelatin *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Suryadi. (2011). Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. *Tesis*. Depok: UI.
- Hidayat, Tatag. 2013. Sintesis dan Perincian Hidroksiapatit dari Cangkang kerang Hijau Dengan Metode Sol-gel *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Yelten, Azade and Suad Yilmaz. 2016. Various Parameters Affecting the Synthesis of the Hydroxyapatite Powders by the Wet Chemical Precipitation Technique. *Materials Today: Proceedings* 3 (2016) 2869–2876.
- Balgies, Setia Utami Dewi, dan Kiagus Dahlan. (2011). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Menggunakan Analisis X-Ray Diffraction. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 8*.
- Salma-Ancane, Kristine., Liga Stipniece, dan Zilgma Irbe. 2016. Effect of Biogenic and Synthetic Starting Materials on the Structure of Hydroxyapatite Bioceramics. *Ceramics Internasional PII: S0272-8842(16)30161-4*.
- Othman, Radzali., Zaleha Mustafa, Chong Wee Loon, and Ahmad Fauzi Noor. 2015. Effect of Calcium Precursors and pH on the Precipitation of Carbonated Hydroxyapatite. *Procedia Chemistry* 19 (2016) 539 – 545.
- Windarti, Tri and Yayuk Astuti. 2006. Pengaruh Konsentrasi Ca²⁺ dan (Po₄)³⁻ pada Pembentukan Hidroksiapatit di dalam Matriks Selulosa Bakterial. *Jska.Vol.IX.No.3*.
- Sedyono, Joko, dan Alva Edy Tontowi. 2008. Proses Sintesis dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit dari Gypsum Alam Kulon Progo. *Media Mesin, Vol.9, No. 1*
- Rachmania P, Aida. (2012). Preparasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi Dengan Metode Kombinasi Ultrasonik dan Spray Drying. *Tesis*. Depok: UI.
- Tyas, Ratih Widyaning. (2014). Studi Karakteristik Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras dan Ayam Kampung. *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Dhony S, Fitrah Rama. (2011). Pembuatan Komposit Kitin/Kitosan Yang Diekstrak dari Cangkang Kepiting dan Karakterisasinya. Padang: Universitas Andalas.
- Savitri, Bella Devina. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Bebek (*Anas Plathyrynchos*) Menggunakan Metode Pengendapan Basah. *Skripsi*. Universitas Negeri Surabaya.
- Santos, M. H., Oliveira, M. d., Souza, L. P. d. F., Mansur, H. S. and Vasconcelos, W. L. (2004). Synthesis control and characterization

- of hydroxyapatite prepared by wet precipitation process. *Materials Research*, 7), 625-630.
19. Kehoe S. (2008). Optimization of hydroxyapatite (HAp) for orthopaedic application via the chemical precipitation technique. *Tesis*. Dublin (IE): Dublin City University.
 20. Puspawati, N.M., dan Simpen, I.N., (2010). Optimasi Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang dan Cangkang Kepiting Limbah Restoran *Seafood* Menjadi Kitosan Melalui Variasi Konsentrasi NaOH. *Jurnal Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bali. Halaman 79-90*.
 21. Sari, Wahyuni Richa. 2013. Sintesis dan Pencirian Hidroksiapatit Berbahan Dasar Cangkang Telur Bebek. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan, IPB.
 22. Wang, P., Li, C., Gong, H., Jiang, X., Wang, H. and Li, K. (2010). Effects of synthesis conditions on the morphology of hydroxyapatite nanoparticles produced by wet chemical process. *Powder Technology*, 203, 2), 315-321.
 23. Dorozhkin, Sergery. 2010. Bioceramics of Calcium Orthophosphates. *Journal of Biomaterials*, 31.
 24. Angelescu, N., Ungureanu, D. N., & Anghelina, F. V. (2011). Synthesis And Characterization Of Hydroxyapatite. *The Scientific Bulletin of Valahia University – Materials and Mechanics* 6(6), 15–18.
 25. Nurlela, A., S.U. Dewi, K. Dahlan, D.S. Soejoko. 2014. Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam dan Bebek Sebagai Sumber Kalsium untuk Sintesis Mineral Tulang. *Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia*, 10: 81-85.
 26. Nurmawati, Melly. 2007. Analisis Derajat Kristalinitas, Ukuran Kristal dan Bentuk Partikel Mineral Tulang Manusia Berdasarkan Variasi Umur dan Jenis Tulang. *Skripsi*. Bogor: IPB.
 27. Bang, L.T., S. Ramesh, J. Purbolaksono, Y.C. Ching, B.D. Long, Hari Chandran, S. Ramesh, R. Othman. 2015. Effects of silicate and carbonate substitution on the properties of hydroxyapatite prepared by aqueous co-precipitation method. *Materials and Design* 87 (2015) 788–796.
 28. Siswanto, C. H. (2013). Sintesis dan Pencirian Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Hijau dengan Metode Kering. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan, IPB.
 29. Fazel, Rezai. 2011. *Biomedical Engineering – Frontiers and Challenges*. Rijeka: InTech.
 30. Mohadi, R., Lesbani, A., & Susie, Y. (2013). Preparasi Dan Karakterisasi Kalsium Oksida (CaO) Dari Tulang Ayam. *Journal of Chemistry University of Sriwijaya*, 6(2), 76–80.
 31. Galván-ruiz, M., Hernández, J., Baños, L., Noriega-montes, J., & Rodríguez-garcía, M. E. (2009). Characterization of Calcium Carbonate, Calcium Oxide, and Calcium Hydroxide as Starting Point to the Improvement of Lime for Their Use in Construction. *Journal Of Materials In Civil Engineering © ASCE (November 2009.21)*, 694–698.
 32. Dey, Arjun and Mukhopadhyay, Anoop Kumar. 2015. *Microplasma Sprayed Hydroxyapatite Coatings*. United States: CRC Press.
 33. Wati, Sri Anugerah. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Limbah Cangkang Kerang Bulu (Anadara Antiquata). *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, USU.