

SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG TELUR MENGGUNAKAN METODE PENGENDAPAN BASAH

SYNTHESIS OF HYDROXYAPATITE FROM CRAB EGGS BY WET APPLICATION METHOD

Sari Edi Cahyaningrum, Nuniek Herdyastuty, Dicky Supangat, Bella Devina

Departement of Chemistry, Faculty of Matematics and Natural Sciences Universitas Negeri Surabaya

E-mail: saricahyaningrum@unesa.ac.id

Abstrak

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi nanopartikel hidroksiapatit (HAp) menggunakan metode pengendapan basah. Pada sintesis HAp digunakan 2 prekursor yaitu prekursor kalsium dan prekursor fosfat. Prekursor kalsium diperoleh dari cangkang telur yang dikalsinasi pada suhu 1000°C. Cangkang telur yang dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 5 jam dari hasil analisis menggunakan XRD menghasilkan fasa utama berupa CaO. Larutan H₃PO₄ ditambahkan kedalam larutan (CaOH)₂ secara *wish drop*. Sintesis dilakukan pada suhu sintering 900°C selama 2 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD menghasilkan fasa utama berupa hidroksiapatit, dengan derajat kristalinitas 95,18 tercapai pada suhu sintering 900°C. Analisis gugus fungsional HAp menunjukkan bahwa gugus fungsional utama HAp adalah -OH, -(PO₄)₃²⁻, dan -CO₃²⁻. Analisis dengan SEM menunjukkan morfologi hidroksiapatit berupa bongkahan dengan pori yang tersebar merata.

Kata kunci: hidroksiapatit, cangkang telur, pengendapan basah

PENDAHULUAN

Kerusakan tulang akan mengganggu fungsi tubuh karena tulang merupakan salah satu jaringan pada tubuh yang penting. Struktur tulang terdiri dari komponen anorganik dan organik. Komponen anorganik (69%) terdiri dari hidroksiapatit (99%). Perbandingan Ca/P pada hidroksiapatit adalah 1,67. Hidroksiapatit dengan rumus Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ memiliki sifat biokompatibel dan bioaktif (Purwasasmita dkk., 2008). Hidroksiapatit yang digunakan pada bidang medis di Indonesia masih impor (Sedyono dan Tontowi, 2008) sehingga penelitian sintesis hidroksiapatit sangat diperlukan.

Sintesis hidroksiapatit menggunakan bahan sintetik dapat menggunakan CaO (Purwasasmita dkk., 2008), CaCl₂ CaSO₄·2H₂O, Ca(CH₃COO)₂ (Santoso, 2012), Ca(NO₃)₂, Ca(OH)₂, dan CaCO₃

(Oshida *et al.*, 2015). Menurut Batra (2013), sintesis hidroksiapatit menggunakan bahan alami lebih baik karena bahan tersebut dapat meningkatkan sifat bioaktif, osteokonduktif, dan biokompatibel (Mateus et.al, 2013). Pemilihan bahan alami pada sintesis hidroksiapatit didasarkan pada besarnya kadar kalsium. Cangkang telur memiliki kadar kalsium yang tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai prekursor dalam sintesis hidroksiapatit (Agrawal, 2011). Cangkang telur terdiri dari kalsium karbonat (CaCO₃), kalsium fosfat (CaPO₄), magnesium karbonat (MgCO₃), dan magnesium fosfat (MgPO₄). Cangkang telur ayam mengandung kalsium 71,11% (Tyas, 2014). Berdasarkan hal tersebut maka pada penelitian ini digunakan cangkang telur sebagai bahan untuk sintesis hidroksiapatit.

METODE PENELITIAN

Jenis Penelitian

Jenis Penelitian ini adalah penelitian eksperimental skala laboratorium.

Tempat dan Waktu Penelitian

Kegiatan penelitian ini dilaksanakan di laboratorium kimia anorganik-kimia Unesa, laboratorium kimia fisika-kimia Unesa, laboratorium kimia dasar-kimia Unesa, dan laboratorium terpadu-FMIPA Unesa. Waktu penelitian ini selama 6 bulan.

Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas, cawan porselin, blender, ayakan 100 mesh, lumpang, alu, buret, statif, klem, desikator, *magnetic stirrer and hot plate* (VWR VMS-C7-2), oven (LabTech), tanur (Select-Horn VMS-C7-2), pH meter (Mi 150), dan neraca analitik (Ohaus). Instrumen yang digunakan yaitu *Fourier Transform Infrared* (Perkin Elmer), *X-ray Diffraction* (Bruker 3090409081), dan *Scanning Electron Microscopy* (Carl Zeiss 9 EVO MA 10).

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi cangkang telur ayam yang diperoleh dari kota Surabaya. Hidroksiapatit berasal dari Bank Jaringan RSUD Dr. Soetomo Surabaya, akuademin, H₃PO₄ 80%, HNO₃ 12 M, dan padatan NaOH p.a.

Prosedur Penelitian

1. Kalsinasi cangkang telur

Sebanyak 8 gram serbuk cangkang telur ayam ditimbang dan dikalsinasi menggunakan tanur pada suhu 1000 °C selama 6 jam. Serbuk cangkang telur ayam dibiarkan dingin dalam tanur selama 24

jam dan dimasukkan ke dalam desikator. Serbuk ditimbang untuk mendapatkan rendemennya, kemudian disimpan di tempat tertutup.

2. Sintesis hidroksiapatit

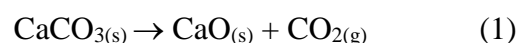
Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan cara mereaksikan prekursor kalsium dan prekursor fosfat dengan perbandingan konsentrasi Ca/P 1,67. Sebanyak 100 mL Ca(OH)₂ 0,5 M dimasukkan ke dalam gelas kimia. Sebanyak 100 mL H₃PO₄ 0,3 M pada buret ditambahkan, kemudian ditambah NaOH 1 M hingga pH menjadi 10. Campuran dibiarkan (*aging*) pada suhu kamar selama 24 jam. Endapan disaring ditambahkan HNO₃ 12 M sebanyak 1 mL, dan dimasukkan dalam tanur 900 °C selama 2 jam. Padatan dibiarkan dingin dalam tanur selama 24 jam, dipindahkan dalam desikator, dan ditimbang massanya. Selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM

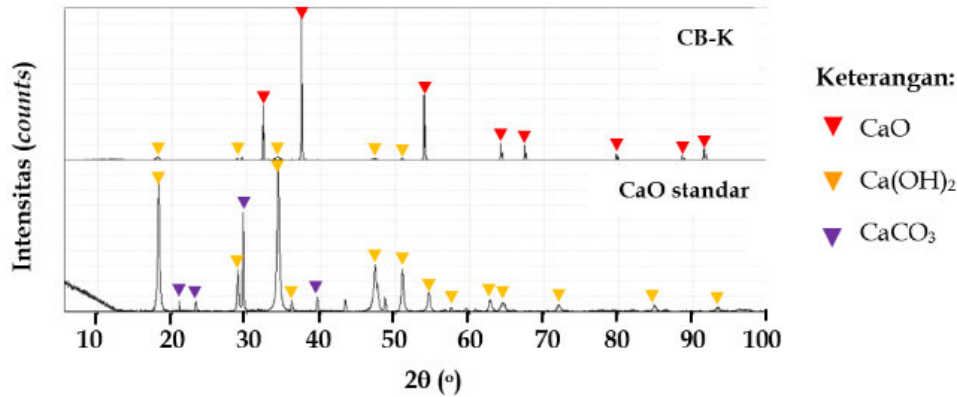
Teknik Analisis Data

Teknik analisis data deskriptif kualitatif untuk gugus fungsional, morfologi permukaan dan fase kristal. Data berupa derajat kristalinitas menggunakan deskriptif kuantitatif.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Proses kalsinasi CB pada suhu 1000 °C berfungsi untuk menguraikan CaCO₃ menjadi CaO dan gas CO₂. Panas dari tanur membuat ikatan kimia menjadi renggang dan atom yang berikatan bergerak bebas. Pada suhu 850 sampai 1000 °C ikatan kimia pada CaCO₃ terputus membentuk CaO. Persamaan reaksi pada proses kalsinasi:





Gambar 1. Difraktogram CaO Dari Cangkang Telur dan CaO Standar

Penurunan massa cangkang telur selama kalsinasi disebabkan pelepasan gas CO₂ dan penguraian senyawa organik. Komponen organik dari Cangkang telur yang hilang selama proses kalsinasi dapat berasal dari protein. Protein pada cangkang telur adalah mukopolisakarida yang terdiri dari kondrotin sulfat A dan B, glukosamin, galaktosamin, galaktosa, manosa, dan asam sialat. Komponen lain pada Cangkang telur adalah MgCO₃ sebesar 1% (Fazel, 2011). MgCO₃ yang dikalsinasi pada suhu 800 sampai 900 °C akan membentuk MgO disertai pelepasan CO₂. Setelah suhu MgO turun, MgO dapat bereaksi dengan air di udara membentuk Mg(OH)₂.

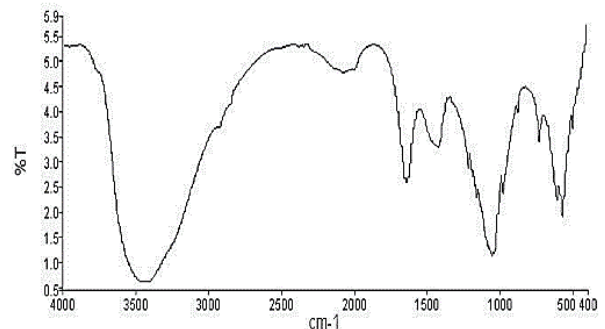
Sampel CaO dari cangkang telur bebek didominasi fasa CaO karena adanya puncak tertinggi pada sudut 2θ = 37,383°. Adanya puncak CaO didukung beberapa puncak lain yang bersesuaian dengan *database Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) no. 37-1497 CaO (Lampiran 8a). Puncak tersebut ditunjukkan pada sudut 2θ = 32,220°; 37,383°; 53,904°; 64,187°; 67,396°; 79,671°; 88,547°; dan 91,482°. Fasa lain pada CaO dari cangkang telur bebek adalah Ca(OH)₂ yang bersesuaian dengan JCPDS no. 84-1263. Fasa Ca(OH)₂ pada 2θ = 18,029°, 28,669°, dan 34,138° sesuai

dengan JCPDS no. 84-1263. Puncak-puncak ini memiliki intensitas yang lebih kecil dibandingkan dengan fasa CaO. Difraktogram CaO hasil kalsinasi dibandingkan dengan CaO standar untuk memperkuat bahwa yang dihasilkan merupakan fasa CaO.

Tabel 1. Komposisi Fasa CaO

| Sampel | Fasa | Komposisi massa (%b/b) |
|----------|---------------------|------------------------|
| CaO | CaO | 94,800 |
| cangkang | Ca(OH) ₂ | 5,200 |
| CaO | Ca(OH) ₂ | 62,900 |
| standar | CaCO ₃ | 37,100 |

Hasil analisis fasa kristal dengan menggunakan XRD diperoleh bahwa hidroksiapatit hasil sintesis pada suhu sintering 900°C mempunyai fasa utama hidroksiapatit dengan derajat kristalinitas 95,15.



Gambar 2. Spektra IR HAp Hasil Sintesis

Pada hasil FTIR Hap pada Gambar 2 terdapat gugus fungsional utama milik HA yaitu gugus OH⁻ dan PO₄³⁻. Ikatan gugus fosfat (PO₄³⁻) paling kuat pada HA dengan vibrasi *stretching* terdapat pada 1000-1050

cm⁻¹ dan medium pada bilangan gelombang 960 cm⁻¹ serta vibrasi *bending* diamati pada 560-610 cm⁻¹. Pada HA gugus PO₄³⁻ dengan intensitas paling tinggi terdeteksi pada bilangan gelombang 495,29; 1046,86; 566,76 cm⁻¹. Gugus OH terdeteksi pada bilangan gelombang 3436,50 cm⁻¹. Puncak ini menunjukkan ikatan gugus fosfat (PO₄³⁻) dengan vibrasi ulur dan tekuk dari P-O.

Hasil analisis morfologi permukaan dengan SEM menunjukkan bahwa Hap yang disintering pada suhu 900°C tidak mengalami aglomerasi. Pada Hap tersebut menunjukkan proses *sintering* telah mencapai tahap akhir (*final stage*) yang ditunjukkan dengan batas butir yang mulai membesar dan pori yang tertutup/terisolasi oleh butir HAp. Pada HAp pori memiliki ukuran yang seragam yaitu 200 nm.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat diambil simpulan bahwa hasil kalsinasi cangkang telur menghasilkan fasa utama adalah CaO. CaO dapat digunakan sebagai precursor pada pembuatan hidroksiapatit. Hasil analisis menggunakan XRD menunjukkan bahwa hasil sintesis CaO dengan precursor asam nitrat menghasilkan fasa utama berupa hidroksiapatit, dengan derajat kristalinitas 95,18 tercapai pada suhu sintering 900°C. Analisis gugus fungsional dengan FTIR menunjukkan bahwa gugus fungsional utama HAp adalah -OH, -(PO₄)₃²⁻, dan -CO₃²⁻. Analisis morfologi permukaan hidroksiapatit berupa bongkahan dengan pori yang tersebar merata.

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Kemenristikdikti yang telah

mendanai penelitian ini melalui Hibah Penelitian Berbasis Kompetensi dengan no. Kontak. 000.1.88/UN38.11-P/LT/2017 tanggal 13 April 2017.

DAFTAR PUSTAKA

- Agrawal, K., Singh, G., Puri, D., and Prakash, S., Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Sol Gel Method for Biomedical Application. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 2011. 10, (8): 727-734.
- Batra, U., Kapoor, S., and Sharma, S. 2013. Influence of Magnesium Ion Substitution on Structural and Thermal Behavior of Nanodimensional Hydroxyapatite. *Journal Material Engineering Perform*, 22, 1798–1806.
- Matheus, Alis YP., Ferraz., Maria P., and Monteiro, Fernando J., Nanoparticles of Hydroxyapatite: Preparation, Characterization, and Cellular Approach-An Overview. *Mutis*, 2013. 2 (3): 43-57.
- Oshida, Yoshiki., Wang, Che S., Ou, and Keng L. 2015. *Hydroxyapatite Synthesis and Applications*. New York: Momentum Press. 2015. 235-240.
- Purwasasmita, Bambang S., Gultom, dan Ramous S. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit Skala Sub Mikron Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Bionatura*, 2008.10 (2): 155-167.
- Ramesh, S., Aw, K.L., Tolouei, R., Amiriyan, M., Tan, C.Y., Hamdi, M., Purbolaksono, J., and Hassan, M.A. Properties of Hydroxyapatite Synthesize by Wet Chemical Method. *Journal of Ceramic Processing Research*, 2013.14 (4): 448-452.