

PENGARUH SUHU SINTERING PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI TEPUNG CaO CANGKANG RAJUNGAN (*Portunus* sp.)

*Effect of Sintering Temperature on Hydroxyapatite Synthesis From CaO Flour of Blue Swimming Crab Shell (*Portunus* sp.)*

Bagus Hadiwinata¹⁾, Fera R Dewi²⁾, Dina Fransiska²⁾, Niken Dharmayanti¹⁾, Deni Aulia^{1,3*)}, Angkasa Putra^{1,4)}, Nunung Sabariyah⁵⁾, Rina Ardiyanti Ritonga⁶⁾

¹⁾Program Studi Teknologi Pengolahan Hasil Perikanan, Politeknik Ahli Usaha Perikanan, Jakarta, 12520, Indonesia

²⁾Pusat Penelitian Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan, Jakarta 12520, Indonesia

³⁾Department of Fisheries Biology, College of Fisheries Science, Pukyong National University, Busan, 48513, Korea Selatan

⁴⁾Department of Marine Biology, College of Fisheries Science, Pukyong National University, Busan, 48513, Korea Selatan

⁵⁾Program Studi Teknologi Pengelolaan Sumberdaya Perairan, Politeknik Ahli Usaha Perikanan, Jakarta, 12520, Indonesia

⁶⁾Fakultas Pasca Sarjana, Universitas Lampung, Lampung, 35145, Indonesia

*korespondensi: damursalin@gmail.com

ABSTRACT

This study aims to obtain the effect and the best sintering temperature treatment on hydroxyapatite from CaO flour of blue swimming crab shell. The experimental design of sintering CaO flour into hydroxyapatite was carried out with temperature parameters of 800°C, 900°C, and 1000°C for 5 hours respectively. The results of hydroxyapatite showed that the hydroxyapatite produced belongs to the type B (AKB) category, and has a nanoparticle size. The greater of the sintering temperature, the smaller of the hydroxyapatite yield, the smaller of the pore holes of hydroxyapatite, the greater of the degree of crystallinity, and the smaller of the Ca / P ratio. The best treatment is found in 800°C sintering for 5 hours with fine granulated and porous morphology, the percentage of crystallinity 86.37%, and the Ca / P ratio of 1.67.

Keywords: Blue swimming crab shell, CaO, Hydroxyapatite, *Portunus* sp., Sintering temperature

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pengaruh serta perlakuan suhu sintering terbaik terhadap hidroksiapatit dari tepung CaO cangkang rajungan. Rancangan percobaan sintering tepung CaO menjadi hidroksiapatit dilakukan dengan parameter suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C selama masing-masing 5 jam. Hasil penelitian hidroksiapatit menyatakan bahwa hidroksiapatit yang dihasilkan termasuk kategori tipe B (AKB), dan memiliki ukuran nano partikel. Semakin besar suhu sintering, maka rendemen hidroksiapatit akan semakin kecil, semakin kecil lubang pori-pori hidroksiapatit, semakin besar derajat kristalinitas, serta semakin kecil rasio Ca/P. Perlakuan terbaik terdapat pada sintering 800 °C selama 5 jam dengan morfologi yang bergranula halus dan berpori, presentase derajat kristalinitas 86,37%, dan rasio Ca/P 1,67.

Kata kunci: Cangkang rajungan, CaO, Hidroksiapatit, *Portunus* sp., Suhu sintering

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit merupakan anggota mineral apatit dan mengandung hidroksida dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ (Ngapa, 2018), yang memiliki kadar basa atau netral sebagai komponen utama pengganti jaringan tulang (Yang et al., 2014), serta mampu beradaptasi dengan baik, dan tidak membahayakan jaringan manusia (LeGeros dan Ben-nissan, 2014). Manfaat hidroksiapatit pada bidang farmasi antara lain, sebagai media penghantar obat lewat strukturnya yang berpori (Bose et al., 2011), sebagai anti kanker pada kanker tulang (Kolmas et al., 2016), sebagai filler pengisi saluran akar gigi dengan pencampuran calcium tungstate (Collares et al., 2012), sebagai *bone tissue*, dan sebagai pelapis (*Coating*) pada implan tulang manusia (Harahap dan Helwani, 2015). Selain itu, hidroksiapatit juga dibuat dalam bentuk tepung sebagai produk olahan makanan, penjernihan air, dan terapi kalsium organik yang baik bagi kesehatan tulang (Sulistiyani et al., 2016). Oleh karena itu, hidroksiapatit sangat bermanfaat dalam bidang farmasi dan juga bidang lainnya.

Hidroksiapatit memiliki kemiripan dengan jaringan tulang dan gigi manusia. Hal tersebut ditandai dengan adanya garam kalsium fosfat (Ca/P), yaitu mineral utama penyusun tulang dan gigi (Mozartha, 2015). Ca/P memiliki standar untuk perbandingan kalsium dan fosfat pada hidroksiapatit terbaik yaitu 1,67 (Kantharia et al., 2014), yang dapat dianalisa dengan mesin SEM-EDS atau dengan metode pengujian AAS. Jika rasio Ca/P yang kurang dari 1,67, maka dikategorikan Octacalcium Phosphate (Syafaat dan Yusuf, 2018). Oleh karena itu, untuk mendapatkan hidroksiapatit terbaik, harus mendapatkan rasio mendekati Ca/P 1,67.

Selain Ca/P, hidroksiapatit memiliki kemiripan dengan jaringan tulang manusia berdasarkan persentase derajat kristalinitas, yaitu antara 73% sampai 87% (Nurmawati, 2007). Oleh karena itu, hidroksiapatit dapat dimanfaatkan sebagai biomaterial dengan kemiripan derajat kristalinitas. Derajat kristalinitas menerangkan persentase kandungan kristal pada material, yang dapat dilihat dengan aplikasi pada mesin XRD (Balgies et al., 2011). Nilai kristalinitas pada hidroksiapatit terbagi menjadi 3 yaitu

kristalinitas rendah dengan nilai dibawah 30%, sedang dengan persentase antara 30% sampai 70%, serta tinggi memiliki persentase 70% (Rana et al., 2017). Semakin tinggi nilai kristalinitas, maka semakin murni dan baik kualitas hidroksiapatit. Oleh karena itu, hidroksiapatit yang baik atau standar memiliki derajat kristalinitas mulai dari 70% sampai dengan 100%.

Metode sintesis hidroksiapatit telah dikembangkan dalam beberapa penelitian. Inti dari metode ini adalah menggunakan metode hidrotermal dengan beberapa metode modifikasi. Metode hidrotermal yaitu dengan memasukkan tepung CaO dan larutan asam fosfat pada vessel hidrotermal, selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu 160°C sampai 24 jam (Khoirudin et al., 2017). Metode solid state merupakan salah satu metode sintesis hidroksiapatit yang diproses masal dan dengan teknik sederhana. Akan tetapi, metode ini memiliki kekurangan dalam hal hasil yang tidak seragam pada komposisinya akibat koefisien ion kecil pada fase padatnya (Sadat-Shojai et al., 2013). Ada juga metode sol gel, dengan suhu kalsinasi 1100°C menghasilkan morfologi granul dengan butir yang seragam pada hidroksiapatit, tetapi permukaan yang dihasilkan cenderung kasar (Hidayat, 2013). Metode sol gel merupakan tahapan lanjutan dari PCC dicampur dengan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, dan perlakuan aging. Setelah terbentuk gel dari perlakuan aging, maka dilakukan pengeringan dalam oven 80°C selama 24 jam (Kasaj et al., 2018).

Metode pengendapan basah yang paling banyak dilakukan, yaitu metode yang melibatkan penggunaan air sebagai pelarut yang dipanaskan dalam wadah tertutup. Tahap awal sintesis nano hidroksiapatit adalah memilih kalsium dan fosfat dengan mencampur keduanya. Hasil pencampuran dibiarkan mendingin, dan kemudian dicuci dan disaring, selanjutnya dikeringkan dalam oven dan dikalsinasi dengan tungku perendam (Anitha dan Pandya, 2014). Kelebihan metode ini yaitu prosesnya sederhana, murah, dapat menghasilkan yield yang tinggi yaitu >90%, serta menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi, dan distribusi partikelnya homogen (Arrafiqie et al., 2016). Penelitian cangkang rajungan ini akan menggunakan metode pengendapan

basah, untuk dapat diaplikasikan sebagai kegiatan usaha dimasa mendatang.

Beberapa hasil penelitian hidroksiapatit cangkang rajungan dengan metode pengendapan basah antara lain, dengan kalsinasi 1000°C selama 5 jam, pemanasan pengadukan 40°C selama 5 jam, serta sintering 800°C selama 5 jam. Hasil yang didapat bahwa hidroksiapatit mengandung kalsium 66% dan rasio Ca/P 1,78 (Raya et al., 2015). Selanjutnya, dengan metode yang sama pada hidroksiapatit cangkang rajungan didapatkan rasio Ca/P adalah 1,67 dan kristalinitas 75% dengan kalsinasi dengan suhu 1000°C 3 jam, pemanasan pengadukan 80°C 60 menit, dan sintering 1000°C 3 jam (Rizkayanti dan Yusuf, 2019). Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis hidroksiapatit cangkang rajungan dengan perbedaan modifikasi pada suhu dan waktu kalsinasi, pemanasan pengadukan, dan sintering.

Penelitian ini merujuk pada penelitian Supangat dan Cahyaningrum (2017). Metode ini dimodifikasi pada kalsinasi dan sintering, perbedaan hal ini dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbedaan Metode Kerja Penelitian dengan Hasil Penelitian Supangat dan Cahyaningrum (2017)

No	Metode	Supangat dan Cahyaningrum (2017)	Modifikasi
1.	Kalsinasi	1000°C 5 jam	800°C 4 jam
2.	Stirrer	60°C 1 jam	60°C 1 jam
3.	Sintering	900°C 2 jam	800°C, 900°C, 1000°C selama 5 jam
4.	Rasio Ca/P	Tidak ada	Belum
5.	Persentase Derajat Kristalinitas	83,98%	Belum

Tujuan penelitian sintesis hidroksiapatit dengan perlakuan sintering suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C selama 5 jam adalah mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap rendemen, ukuran partikel, morfologi, derajat kristalinitas, dan rasio Ca/P dari masing-masing perlakuan sintering. Selanjutnya adalah mengetahui perlakuan sintering terbaik dari sintesis hidroksiapatit.

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada 1 Juni sampai 30 Oktober 2020 di Laboratorium Pengolahan Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan (BBRP2B-KP) Jakarta.

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam sintesis hidroksiapatit adalah tepung CaO 0,5 M dari hasil penelitian pendahuluan dengan bahan baku cangkang rajungan, larutan asam fosfat (H₃PO₄) 0,3 M, larutan natrium fosfat (NaOH) 2 M, larutan HNO₃ 12 M, dan aquades. Peralatan yang dipakai pada metode sintesis hidroksiapatit menggunakan furnace untuk kalsinasi tepung CaO. Mesin furnace selain untuk mengkalsinasi, juga untuk mensintering hidroksiapatit. Labu ukur 1 Liter untuk wadah preparasi larutan Ca(OH)₂ dan H₃PO₄, pH meter untuk mengukur pH hasil pemanasan setelah titrasi. Serta mesin stirrer untuk perlakuan pemanasan pengadukan campuran apatit. Untuk uji karakteristik Hidroksiapatit, alat yang dipakai adalah mesin Spectrum One FTIR merek Perkin Elmer Precisely untuk analisa gugus fungsi, dan mesin SEM dengan teknik EDS dengan merek JEOL tipe 6000 Jepang untuk membaca electron atom kalsium dan juga untuk melihat morfologi tepung CaO.

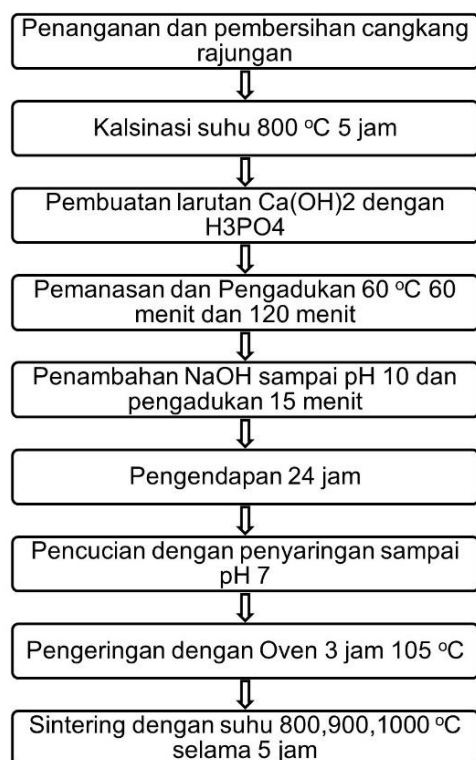
Proses Sintesis Hidroksiapatit

Tahap awal sintesis hidroksiapatit adalah menangani bahan baku sampai mengkalsinasi tepung CaO. Tahapan kerja awal yaitu penanganan bahan baku dengan mencuci cangkang rajungan sebanyak 3 kg dengan air mengalir. Cangkang rajungan dikeringkan dibawah sinar matahari selama 2 hari dan digiling menjadi tepung dengan blender. Kalsinasi dilakukan dengan suhu 800°C selama 5 jam (Hadiwinata et al., 2021).

Tahap selanjutnya, mencampur CaO 14 gram dengan aquades 500 ml sehingga menjadi larutan Ca(OH)₂ 0,5 M. Membuat larutan H₃PO₄ 0,3 M dengan campuran 20,11 ml H₃PO₄ 85% dengan 500 ml aquades. Masing-masing larutan dibiarkan sekitar 30 menit. Larutan H₃PO₄ ke dituangkan dalam larutan Ca(OH)₂ di dalam gelas ukur 2000 ml. Pengadukan dilakukn dengan kecepatan 300 rpm dan suhu 60°C selama 1 jam dengan

mesin *hot stirrer magnetic*. Suhu diturunkan ruang dan diaduk dengan kecepatan 300 rpm selama 2 jam.

Tahap selanjutnya penambahan Natrium fosfat (NaOH) 2 M sampai pH 10. Pengadukan dilakukan selama 15 menit. Hasil pemanasan suhu ruang di endapkan selama 24 jam di suhu ruang, kemudian disaring dengan kertas whatmann 42 125 mm sampai pH 7. Hasil endapan dikeringkan dengan oven 100°C selama 3 jam. Tambahkan HNO₃ 2 ml sebelum sintering. Penambahan HNO₃ berfungsi untuk membantu melepaskan sisa-sisa CO₂ yang terlarut dalam air pada apatit selama pengendapan basah atau pencucian, karena CO₂ dalam air terdapat dalam CO₂ terlarut, asam karbonat, anion karbonat, atau anion bikarbonat yang salah satu penghambat terbentuknya hidroksiapatit (Ningsih *et al.*, 2014). Tahap terakhir adalah perlakuan sintering untuk mendapatkan produk hidroksiapatit terbaik. Perlakuan sintering memakai variabel suhu 800°C, 900°C, dan 1000°C selama 5 jam. Alur sintesis hidroksiapatit dapat dilihat pada diagram Gambar 1.



Gambar 1. Alur sintesis hidroksiapatit cangkang rajungan

Analisa Karakteristik Hidroksiapatit

Analisa karakteristik hidroksiapatit meliputi analisa gugus fungsi, morfologi, ukuran partikel, serta derajat kristalisasi. Metode kerja yang dipakai dalam analisa gugus fungsi menggunakan instrumen dengan detektor di daerah inframerah tengah (4.000 - 400 cm⁻¹) pada resolusi 4 cm⁻¹. Sebelum dilakukan analisa FTIR, sampel dihaluskan dengan mortal. Setelah halus, sampel dicampurkan dengan garam KBr dengan perbandingan 1:100. Sampel HAP yang sudah dicampur, dimasukkan ke dalam logam untuk dilakukan pengepresan dan pemvakuman dengan tekanan 7 tons selama 15 menit. Selanjutnya, sampel dimasukkan ke instrumen FTIR.

Analisa SEM dilakukan untuk menentukan morfologi HAP yang telah dibuat. Tepung HAP diambil sebanyak 2 g, diletakkan pada plat logam tembaga yang berbentuk bulat (Sample holder), pada analisa morfologi dilakukan proses pelapisan atau coating selama 1 menit dengan lapisan emas agar sampel memiliki sifat konduktif. Mikrostruktur hidroksiapatit diamati menggunakan SEM perbesaran 500, 1000, dan 2000. Proses pengukuran dilakukan pada akselerasi tegangan 20 kV.

Analisa derajat kristalinitas HAP dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Serpong, Tangerang Selatan. Analisa derajat kristalinitas dilakukan dengan metode kualitatif. Analisa kadar kalsium dan fosfat sebagai rasio Ca/P dilakukan di Unit Laboratorium Jasa Pengujian, Kalibrasi, dan Sertifikasi Institut Pertanian Bogor. Sedangkan untuk analisa derajat kristalinitas dilakukan di Laboratorium Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Persentase Rendemen Hidroksiapatit

Hasil persentase rendemen sintesis hidroksiapatit dari cangkang rajungan diukur dari tepung CaO cangkang rajungan 0,5 M ditambah dengan larutan H₃PO₄ sebanyak 0,3 M, sampai menjadi hidroksiapatit. Hasil perhitungan rendemen hidroksiapatit dapat dilihat pada Tabel 2.

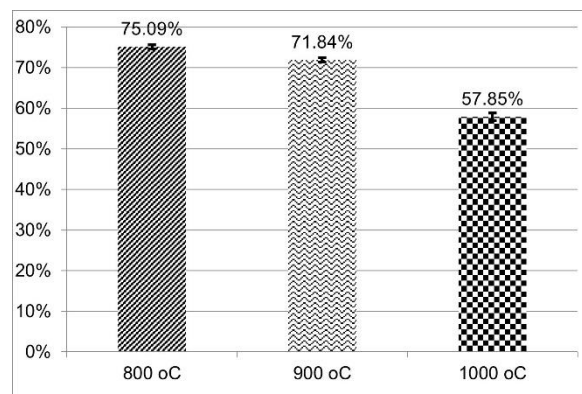
Tabel 2. Hasil perhitungan rendemen hidroksiapatit

No	Alur Proses	Rendemen (%)
1.	Kalsinasi cangkang rajungan ke Tepung CaO	42,31±0,36%
2.	Pencampuran CaO dengan H ₃ PO ₄ ke tahap stirring, pengendapan, sampai pengeringan	116,17±0,63%
3.	Sintering HAP sampai menjadi Tepung Hidroksiapatit dari tahap Pengeringan	75,09±0,005%
	- 800°C selama 5 jam	71,84±0,005%
	- 900°C selama 5 jam	57,85±0,009%
	- 1000°C selama 5 jam	

Penghitungan rendemen hidroksiapatit bertujuan untuk mengukur kebutuhan bahan baku hidroksiapatit yang akan di sintesis. Selain itu, perhitungan rendemen akan membantu menghitung analisa usaha hidroksiapatit. Rendemen tepung CaO dari cangkang rajungan dengan perlakuan 800°C selama 5 jam, menghasilkan 42,31±0,36%. Setelah CaO dicampur dengan asam fosfat (H₃PO₄), lalu dilakukan pengadukan pemanasan sampai pengeringan, akan menghasilkan rendemen sebesar 116,17±0,63%. Kenaikan rendemen diatas 100% disebabkan penambahan air dan proses kristalisasi saat pengadukan.

Dari tahap pengeringan sampai menjadi hidroksiapatit, didapatkan variasi rendemen yang berbeda dari perlakuan suhu selama 5 jam. Hal ini dipengaruhi oleh suhu saat sintering. Pada suhu 800°C, rendemen yang didapatkan 75,09±0,005%. Pada suhu 900°C, terjadi sedikit penurunan rendemen menjadi 71,84±0,005%. Selanjutnya pada suhu 1000°C, rendemen semakin menurun menjadi 57,85±0,009% (Tabel 2). Hasil rendemen suhu saat sintering dapat dilihat pada Gambar 2.

Perlakuan suhu pada sintering, sangat mempengaruhi rendemen hidroksiapatit. Semakin besar suhu sintering hidroksiapatit, maka akan semakin kecil rendemen hidroksiapatit (Gambar 2). Untuk mencari perlakuan terbaik, perlu dilihat hasil analisa lebih lanjut pada karakteristik hidroksiapatit.



Gambar 2. Hasil rendemen saat sintering

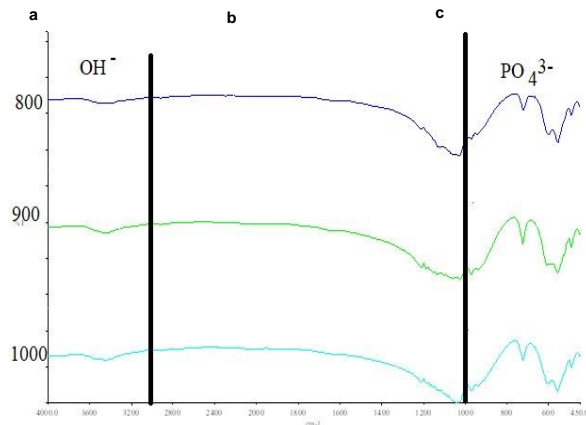
Analisa Karakteristik Gugus Fungsi

Hasil analisa gugus fungsi dapat dilihat pada Gambar 3. Dari hasil analisa gugus fungsi hidroksiapatit, terlihat sedikit adanya getaran pada vibrasi hidroksil (OH⁻) yaitu pada perlakuan 800°C sebesar 3435.94 cm⁻¹, dan pada perlakuan 900°C sebesar 3444.01 cm⁻¹, serta pada perlakuan 1000°C sebesar 3454.39 cm⁻¹. Akan tetapi, lengkungan getaran OH⁻ tidak terlihat tajam, dan dapat dikatakan hampir memiliki getaran sejajar. Hal ini menandakan pemanasan sedikit lagi sempurna, jika vibrasi sejajar pada gugus fungsi OH⁻ dapat dikatakan hilangnya gugus fungsi OH⁻ disebabkan oleh pemanasan lanjutan saat sintering, atau disebut dehidroksilasi (Sunardi *et al.*, 2011). Oleh karena itu, ketiga perlakuan hampir tidak menyisakan vibrasi OH⁻ sehingga dapat menjadi produk hidroksiapatit.

Bagian tengah Gambar 3, menerangkan tentang adanya vibrasi karbonat (CO₃²⁻). Terdapat vibrasi CO₃⁴⁻ pada setiap perlakuan 800°C sebesar 1210.51 sampai 1122.83 cm⁻¹, dan pada perlakuan 900°C sebesar 1211.12 sampai 1137.59 cm⁻¹, serta pada perlakuan 1000°C sebesar 1187.27 sampai 1156.01 cm⁻¹. Vibrasi karbonat pada ketiga perlakuan termasuk dalam kategori karbonat tipe B (AKB), karena berada di bawah 1500 cm⁻¹ menggantikan ion PO₄³⁻, sedangkan jika karbonat melebihi 1500 cm⁻¹, maka dikategorikan tipe A (AKA) menggantikan ion OH⁻ (Lekahena *et al.*, 2014).

Selanjutnya adalah mendeteksi vibrasi fosfat (PO₄³⁻) untuk mengetahui adanya hidroksiapatit. Pembentukan hidroksiapatit ditentukan oleh vibrasi fosfat pada area 1000-1100 cm⁻¹ (Riyanto dan Maddu, 2014). Pada perlakuan 800°C, vibrasi PO₄³⁻ terdapat pada vibrasi 1034,86 cm⁻¹ Pada perlakuan 900°C,

vibrasi PO_4^{3-} $1035,61 \text{ cm}^{-1}$. Pada perlakuan 1000°C , vibrasi PO_4^{3-} , terdeteksi pada angka $1030,23 \text{ cm}^{-1}$. Dapat dikatakan semua perlakuan memiliki gugus fungsi fosfat, sehingga semua perlakuan merupakan golongan hidroksiapatit.



Gambar 3. Kurva hasil analisa gugus fungsi hidroksiapatit

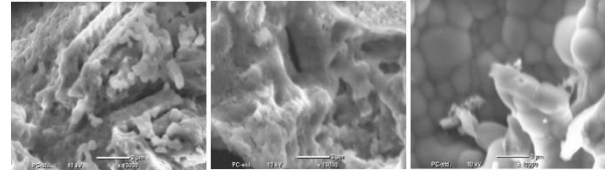
Analisa Ukuran Hidroksiapatit

Berdasarkan hasil analisa pengukuran partikel hidroksiapatit dengan instrument PSA, didapatkan bahwa semua perlakuan memiliki kategori partikel berukuran nano, karena berukuran mulai dari 1 sampai 1000 nm (Hanura et al., 2017). Pada perlakuan 800°C selama 5 jam, didapatkan ukuran partikel dengan rata-rata $500,49 \text{ nm}$. Sedangkan pada perlakuan 900°C selama 5 jam ukuran rata-rata partikel adalah $423,8 \text{ nm}$. Selanjutnya pada perlakuan 1000°C selama 5 jam, ukuran partikel semakin membesar dengan rata-rata $428,74 \text{ nm}$. Jadi, semakin tinggi perlakuan suhu sintering hidroksiapatit, maka semakin kecil ukuran hidroksiapatit, walaupun pada suhu 1000°C mengalami ukuran rata-rata cenderung lebih besar dari suhu 900°C .

Dari semua perlakuan, hampir atau belum mencapai ukuran optimal nano partikel sebagai senyawa penghantar obat yaitu $200\text{-}400 \text{ nm}$ (Abdassah, 2013). Oleh karena itu, perlu dilakukan perlakuan lanjutan pada kalsinasi, pemanasan pengadukan, atau sintering, untuk mendapatkan ukuran nanopartikel yang lebih kecil. Hasil analisa ukuran yang semuanya termasuk ke dalam kategori nanohidroksiapatit, perlu dilakukan analisa lanjutan terhadap morfologi partikel, rasio Ca/P, dan persentase derajat kristalinitas.

Analisa Karakteristik Morfologi

Analisa morfologi akan menentukan perlakuan mana yang menghasilkan morfologi terbaik. Hasil analisa morfologi dengan instrument SEM dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Hidroksiapatit suhu 800°C (a), suhu 900°C (b) dan suhu 1000°C (c)

Hidroksiapatit sudah dalam ukuran nanometer dengan pembesaran 10.000 kali (Gambar 4). Morfologi hidroksiapatit pada perlakuan 800°C selama 5 jam, terlihat pori-pori yang kecil, dan permukaan sudah tidak tajam jika dibandingkan dengan saat masih menjadi tepung CaO (Gambar 4.a). Ketika suhu 900°C selama 5 jam, ukuran pori-pori semakin mengecil pada butiran hidroksiapatit (Gambar 4.b). Celah pori-pori hidroksiapatit yang kecil dikhawatirkan tidak bisa menjadi *drug delivery*, karena fungsi porositas pori-pori hidroksiapatit sebagai penghantar obat atau *drug delivery* (Bose et al., 2011). Selanjutnya porositas pori-pori pada perlakuan 1000°C selama 5 jam, sudah tidak terlihat lagi, walaupun struktur permukaan terlihat halus (Gambar 4.c). Hal ini, disimpulkan pada 1000°C , tidak direkomendasikan untuk dijadikan produk hidroksiapatit.

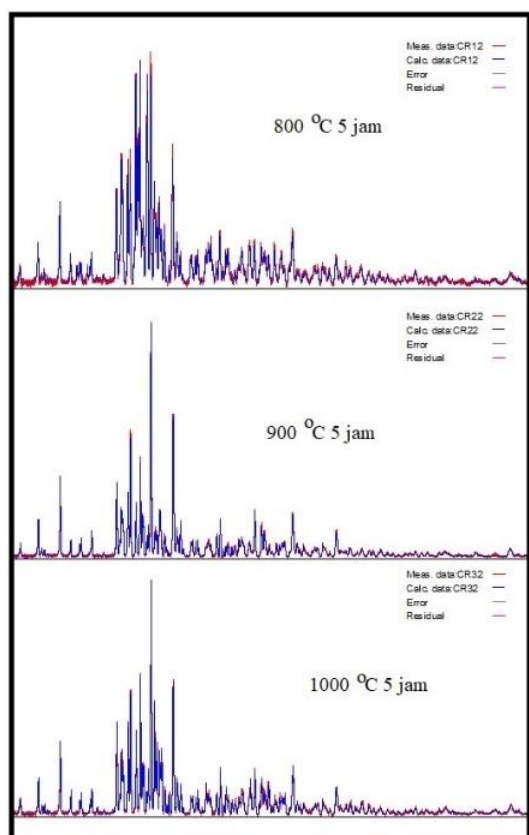
Perlakuan 800°C selama 5 jam dipilih menjadi hidroksiapatit terbaik dalam hal morfologi. Bentuk granula yang halus dan seragam, serta adanya celah pori-pori yang bisa menjadikan hidroksiapatit. Akan tetapi, hal ini juga harus dibandingkan dengan hasil rasio Ca/P dan derajat kristalinitas.

Analisa Karakteristik Kristalinitas

Hasil analisa derajat kristalinitas dengan instrument X-Ray Diffraction dapat dilihat pada Gambar 5.

Bentuk puncak yang semakin tajam pada seluruh perlakuan menandakan hidroksiapatit sudah berbentuk kristal murni (Gambar 5). Jika puncak melebar, maka masih terdapat kontaminan lain atau pemanasan saat kalsinasi atau sintering belum optimal (Negara dan Simpen, 2018).

Oleh karena itu, pemanasan suhu dan waktu pada sintering hidroksiapatit telah menghasilkan struktur hidroksiapatit yang optimal.



Gambar 5. Hasil Analisa Kristalinitas Hidroksiapatit

Bentuk puncak yang semakin tajam pada seluruh perlakuan menandakan hidroksiapatit sudah berbentuk kristal murni (Gambar 5). Jika puncak melebar, maka masih terdapat kontaminan lain atau pemanasan saat kalsinasi atau sintering belum optimal (Negara dan Simpen, 2018). Oleh karena itu, pemanasan suhu dan waktu pada sintering hidroksiapatit telah menghasilkan struktur hidroksiapatit yang optimal.

Hasil perhitungan persentase derajat kristalinitas pada perlakuan sintering 800°C adalah 86,37%, dan pada perlakuan 900°C adalah 86,56%, sedangkan pada perlakuan 1000°C adalah sebesar 89% (Gambar 5). Derajat kristalinitas mengalami kenaikan persentase dari perlakuan sintering 800°C ke 900°C, namun mengalami penurunan saat perlakuan 1000°C. Hal ini diduga karena pengaruh optimalisasi suhu saat sintering,

karena drajat kristalinitas akan semakin naik persentasenya seiring dengan kenaikan suhu pemanasan, namun jika telah mencapai suhu optimum pada pemanasan, maka drajat kristalinitas akan mengalami penurunan (Novanto et al., 2017).

Analisa Karakteristik Rasio Ca/P

Hasil perhitungan rasio Ca/P dilakukan dengan menghitung hasil persentase kalsium dibagi dengan persentase fosfat. Hasil perhitungan dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Persentase Kalsium, Fosfat, dan Rasio Ca/P pada Hidroksiapatit

No	Perlakuan	Kalsium (Ca) (%)	Fosfat (P) (%)	Rasio Ca/P
1	800°C 5 jam	48,00	26,29	1,82
		47,51	28,44	1,67
2	900°C 5 jam	43,21	28,55	1,51
		43,03	26,22	1,64
3	1000°C 5 jam	34,79	29,79	1,16
		34,64	32,37	1,07

Semakin besar suhu pada saat sintering, maka semakin menurun kandungan kalsium pada hidroksiapatit, tetapi kadar fosfat naik pada suhu 1000°C. Pada suhu 800°C, dihasilkan rasio Ca/P sebesar 1,67. Kemudian pada suhu 900°C, rasio Ca/P mengalami penurunan 1,64. Sedangkan pada suhu 1000 °C, rasio Ca/P semakin turun menjadi 1,07 (Tabel 3). Dari hasil diatas disimpulkan bahwa, semakin besar perlakuan sintering hidroksiapatit, maka akan menghasilkan rasio Ca/P yang lebih kecil. Untuk hidroksiapatit, standar rasio Ca/P yang diinginkan adalah 1,67. Oleh karena itu, perlakuan 800°C selama 5 jam, dipilih sebagai perlakuan terbaik dalam hidroksiapatit.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian hidroksiapatit dari tepung CaO cangkang rajungan dengan perlakuan sintering, dapat disimpulkan bahwa hidroksiapatit yang dihasilkan termasuk kategori tipe B (AKB), dan memiliki ukuran nano partikel. Semakin besar suhu sintering, maka rendemen hidroksiapatit akan semakin kecil, semakin

kecil lubang pori-pori hidroksiapatit, semakin besar derajat kristalinitas, serta semakin kecil rasio Ca/P. Perlakuan terbaik terdapat pada perlakuan sintering 800 °C selama 5 jam dengan morfologi yang bergranula halus dan berpori, presentase derajat kristalinitas 86,37%, dan rasio Ca/P 1,67.

UCAPAN TERIMA KASIH

Para penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada civitas akademika Politeknik Ahli Usaha Perikanan Jakarta dan Pusat Penelitian Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan, Kementerian Kelautan dan Perikanan Indonesia, Jakarta Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdassah, M. 2013. Nanopartikel dengan gelasi ionik. *Jurnal Farmaka*, 15(1), 45–52.
- Anitha, P., and Pandya, H. M. 2014. Comprehensive Review of Preparation Methodologies of Nano Hydroxyapatite. *J. Environ. Nanotechnol.*, 3(1), 101–121. <https://doi.org/10.13074/jent.2013.12.132058>
- Arrafiqie, M. F., Azis, Y., and Zultinjar. 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Kulit Kerang Lokan (*Geloina expansa*) dengan Metode Hidrothermal. *Jurnal FTEKNIK*, 3(1), 1–8.
- Balgies, Dewi, S. U., dan Dahlan, K. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Menggunakan Analisis X - Ray Diffraction. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron Dan Sinar-X Ke 8*, 10–13.
- Bose, S., Tarafder, S., Edgington, J., and Bandyopadhyay, A. 2011. Calcium phosphate ceramics in drug delivery. *Biomaterials for Regenerative Medicine Calcium*, 63(4), 93–98. <https://doi.org/10.1007/s11837-011-0065-7>
- Collares, F. M., Leitune, V. C. B., Rostirolla, F. V, Trommer, R. M., and Bergmann, C. P. 2012. Nanostructured hydroxyapatite as filler for methacrylate-based root canal sealers. *International Endodontic Journal*, 63–67. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2011.01948.x>
- Hadiwinata, B., Dewi, F. R., Fransiska, D., dan Dharmayanti, N. 2021. Optimasi Waktu dan Suhu Kalsinasi Tepung Cangkang Rajungan (*Portunus* sp.) sebagai Bahan Baku Hidroksiapatit. *Jurnal Pascapanen Dan Bioteknologi Kelautan Dan Perikanan*, 16(2), 121. <https://doi.org/10.15578/jpbkp.v16i2.731>
- Hanura, A. B., Trilaksana, W., dan Suptijah, P. 2017. Karakterisasi Nanohidroksiapatit Tulang Tuna *Thunnus* sp. Sebagai Sediaan Biomaterial. *Jurnal Ilmu Dan Teknologi Kelautan Tropis*, 9(2), 619–630. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.29244/jitkt.v9i2.19296>
- Harahap, A. W., dan Helwani, Z. 2015. Sintesis Hidroksiapatit melalui Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah dengan Metode Hidrotermal pada Variasi pH dan Waktu Reaksi. *Jom FTEKNIK*, 2(2).
- Hidayat, T. 2013. Sintesis dan Pencirian Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Hijau dengan Metode Sol Gel. *Skripsi Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor*, 25.
- Kantharia, N., Naik, S., Apte, S., Kheur, M., Kheur, S., and Kale, B. 2014. Nano-hydroxyapatite and its contemporary applications. *Journal of Dental Research and Scientific Development*, 1(1), 15. <https://doi.org/10.4103/2348-3407.126135>
- Kasaj, A., Willershausen, B., Junker, R., Stratul, S. I., and Schmidt, M. H. H. 2018. Correction to: human periodontal ligament fibroblasts stimulated by nanocrystalline hydroxyapatite paste or enamel matrix derivative. An in vitro assessment of PDL attachment, migration, and proliferation (Clinical Oral

- Investigations, (2012), 16, 3, (745). *Clinical Oral Investigations*, 22(8), 2963. <https://doi.org/10.1007/s00784-018-2584-x>
- Khoirudin, M., Yelmida, dan Zultiniar. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Kulit Kerang Darah (*Anadara granosa*) Dengan Proses Hidrotermal. *Jom FTEKNIK*, 2(2), 1–8.
- Kolmas, J., Krukowski, S., Laskus, A., and Jurkitewicz, M. 2016. Synthetic hydroxyapatite in pharmaceutical applications. *Ceramics International*, 42(2), 2472–2487. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.10.048>
- LeGeros, R. Z., and Ben-nissan, B. 2014. Introduction to Syntehesic and Biologic Apatites. *Livro*, 2(June 2016), 0–39. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-53980-0>
- Lekahena, V., Faridah, D. N., Syarief, R., dan Peranginangin, R. 2014. Karakterisasi Fisikokimia Nanokalsium Hasil Ekstraksi Tulang Ikan Nila Menggunakan Larutan Basa Dan Asam. *Jurnal Teknologi Dan Industri Pangan*, 25(1), 57–64. <https://doi.org/10.6066/jtip.2014.25.1.57>
- Mozartha, M. 2015. Hidroksiapatit dan Aplikasinya di Bidang Kedokteran Gigi. *Cakradonya Dent J*, 7(2), 807–868.
- Negara, I. M. S., dan Simpen, I. N. 2018. Karakteristik Hidroksiapatit Hasil Ekstraksi Termal Dari Tulang Limbah dan Aplikasinya Untuk Adsorpsi Ion Selektif Biru Metilen. *Cakra Kimia*, 6(2), 123–130.
- Ngapa, Y. D. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) dari Limbah dengan Metode Basah Presipitasi. *Jurnal Dinamika Sains*, 2(1), 67–72.
- Ningsih, R. P., Wahyuni, N., dan Destiarti, L. 2014. Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) Dengan Variasi Waktu Pengadukan. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 3(1), 22–26. <https://jurnal.unej.ac.id/index.php/STO>
- MA/article/download/2079/1683/
- Novanto, Y. O., Azis, Y., dan Fadli, A. 2017. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Terumbu Karang Menggunakan Metode Hidrotermal dengan Variasi Temperatur Reaksi. *Jom FTEKNIK*, 2(2), 67–73.
- Nurmawati, M. 2007. Analisis Derajat Kristalinitas Dan Ukuran Kristal. *Skripsi Institut Pertanian Bogor*.
- Rana, M., Akhtar, N., Rahman, S., Jamil, H. M., and Asaduzzaman, S. M. 2017. Extraction of Hydroxyapatite from Bovine and Human Cortical Bone by Thermal Decomposition and Effect of Gamma Radiation: A Comparative Study. *International Journal of Complementary & Alternative Medicine*, 8(3). <https://doi.org/10.15406/ijcam.2017.08.00263>
- Raya, I., Mayasari, E., Yahya, A., Syahrul, M., and Latunra, A. I. 2015. Shynthesis and Characterizations of Calcium Hydroxyapatite Derived from Crabs Shells (*Portunus pelagicus*) and Its Potency in Safeguard against to Dental Demineralizations. *International Journal Of Biomaterials*, 2015. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1155/2015/469176>
- Riyanto, B., and Maddu, A. 2014. Material of Hydroxyapatite-Based Bioceramics from Tuna Fishbone. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 16(2), 119–132. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v16i2.8046>
- Rizkayanti, Y., and Yusuf, Y. 2019. Optimization of the Temperature Synthesis of Hydroxyapatite from Indonesian Crab Shells. *International Journal of Nanoelectronics and Materials In*.
- Sadat-Shojai, M., Khorasani, M. T., Dinpanah-Khoshdargi, E., and Jamshidi, A. 2013. Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse

structures. *Acta Biomaterialia*, 9(8), 7591–7621.
<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2013.04.012>

Sulistiyani, A. T., Aisyah, D., Mamat, I., dan Sontang, M. 2016. Pemberdayaan Masyarakat Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan untuk Produk Hidroksiapatit (Hydroxyapatite / HA) Kajian di Pabrik Pengolahan Kerupuk Lekor. *Indonesian Journal of Community Engagement*, 02(01), 14–29.

Sunardi, Utami Irawati, dan Wianto, T. 2011. Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan Selatan Hasil Kalsinasi. *Jurnal Fisika FLUX*, Vol 8, 59–65.

Syafaat, F. Y., and Yusuf, Y. 2018. Influence of Ca/P Concentration on Hydroxyapatite (HAp) from Asian Moon Scallop Shell. *International Journal of Nanoelectronics and Materials In*.

Yang, Y., Wu, Q., Wang, M., Long, J., Mao, Z., and Chen, X. 2014. Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite with Different Morphologies: Influence of Supersaturation of the Reaction System. *American Chemical Society, Crystal Growth & Design*, January 2019. <https://doi.org/10.1021/cg501063j>