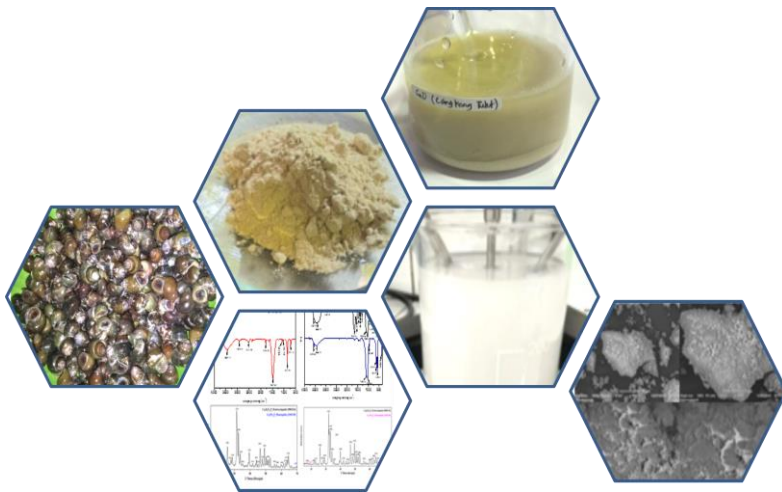


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT  
DARI CANGKANG TUTUT (*Pila ampullacea*) TERDOPING SENG  
NITRAT ( $Zn(NO_3)_2$ ) YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN KOLAGEN  
SEBAGAI KANDIDAT *BONE FILLER***

*SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYPATITE FROM  
THE TUTUT (*Pila ampullacea*) SHELLS DOPED WITH ZINC NITRATE  
( $Zn(NO_3)_2$ ) WHERE COMPOSED WITH COLLAGEN AS A BONE  
FILLER CANDIDATE*



**WINDASARI  
H012211005**



**PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2024**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT  
DARI CANGKANG TUTUT (*Pila ampullacea*) TERDOPING SENG  
NITRAT ( $Zn(NO_3)_2$ ) YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN KOLAGEN  
SEBAGAI KANDIDAT *BONE FILLER***

**WINDASARI  
H012211005**



**PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2024**

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYPATITE  
FROM THE TUTUT (*Pila ampullacea*) SHELLS DOPED WITH ZINC  
NITRATE ( $Zn(NO_3)_2$ ) WHERE COMPOSED WITH COLLAGEN AS A  
BONE FILLER CANDIDATE**

**WINDASARI  
H012211005**



**PROGRAM STUDY OF CHEMISTRY  
FACULTY MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR, INDONESIA  
2024**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT  
DARI CANGKANG TUTUT (*Pila ampullacea*) TERDOPING SENG  
NITRAT ( $Zn(NO_3)_2$ ) YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN  
KOLAGENSEBAGAI KANDIDAT *BONE FILLER***

Tesis

sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar magister

Program Studi Ilmu Kimia

Disusun dan diajukan oleh

WINDASARI  
H012211005

kepada

**PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2024**

**TESIS**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI  
CANGKANG TUTUT (*Pila ampullacea*) TERDOPING SENG  
NITRAT ( $Zn(NO_3)_2$ ) YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN  
KOLAGEN SEBAGA KANDIDAT BONE FILLER**

**WINDASARI  
H012211005**

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Magister pada  
tanggal 08 Agustus 2024 dan dinyatakan telah memenuhi syarat  
kelulusan

pada

Program Studi Kimia  
Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Hasanuddin  
Makassar  
Mengesahkan,

Pembimbing Utama



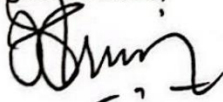
Prof. Dr. Indah Raya, M.Si.  
NIP. 196411251990022001

Pembimbing Pendamping,



Dr. Syahrudin Kasim, M.Si  
NIP. 196907051997031001

Ketua Program Studi  
Magister Kimia,



Prof. Dr. Hasnah Natsir, M.Si  
NIP. 196203201987112001

Dekan Fakultas MIPA  
Universitas Hasanuddin,



Dr. Eng. Amiruddin, M.Si  
NIP. 197205151997021002

## PERNYATAAN KEASLIAN TESIS DAN PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa, tesis berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Tutut (*Pila ampullacea*) Terdoping Seng Nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) yang Dikompositkan dengan Kolagen sebagai Kandidat *Bone Filler*” adalah benar karya saya dengan arahan dari tim pembimbing (Prof. Dr. Indah Raya, M.Si. sebagai Pembimbing Utama dan Dr. Syahrudin Kasim, M.Si. sebagai Pembimbing Pendamping). Karya ilmiah ini belum diajukan dan tidak sedang diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan mau pun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka tesis ini. Sebagian dari isi tesis ini telah disubmit di Jurnal Universitas Teknologi Malaysia (UTM) sebagai artikel dengan judul “*Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from The Tutut (Pila Ampullacea) Shells Doped with Zinc Nitrate ( $Zn(NO_3)_2$ ) where Composed with Collagen as A Bone Filler Candidate*”. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan tesis ini adalah karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut berdasarkan aturan yang berlaku.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta (hak ekonomis) dari karya tulis sayaberupa tesis ini kepada Universitas Hasanuddin.

Makassar, 16 Agustus 2024



Handwritten signature of Windasari.

Windasari  
NIM H012211005

## UCAPAN TERIMA KASIH

Bismillahirrahmanirrahim, segala puji dan rasa syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas berkat Rahmat dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini sebagai salah satu syarat mencapai gelar magister, serta Shalawat dan salam kepada Baginda Nabi besar Muhammad S.A.W. Penelitian yang penulis lakukan ini dapat terlaksana dengan sukses dan tesis ini dapat terampung karena atas bimbingan, diskusi dan arahan Ibu Prof. Dr. Indah Raya, M.Si Pembimbing Utama, dan Bapak Dr. Syahrudin Kasim, M.Si. sebagai Pembimbing Pendamping. Penulis mengucapkan terimakasih berlimpah kepada mereka. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada seluruh tim penguji yang telah memberikan saran terkait penyusunan tesis ini, Ibu Prof. Dr. Paulina Taba, M.Phil, Ibu. Dra. Seniwati Dali, M.Si, dan Bapak Dr. Djabal Nur, S.Si, M.Si.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada pimpinan Universitas Hasanuddin Bapak Prof. Dr. Ir. Jamaluddin Jompa, M.Sc beserta seluruh staf dan pegawai, kepada pimpinan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin Bapak Dr. Eng. Amiruddin, S.Si., M.Si beserta seluruh staf dan pegawai, kepada Ketua program Studi S2 Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin Ibu Prof. Dr. Hasnah Natsir, M.Si beserta dosen dan staf yang telah membantu dan memfasilitasi penulis selama menempuh program magister, terutama kepada Pak Irsan dan Ibu Kiki yang telah membantu penulis dalam hal administrasi. Penulis juga mengucapkan banyak terimakasih kepada seluruh Analis Laboratorium di Departemen Kimia Universitas Hasanuddin dan Analis Laboratorium Departemen Kimia Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar atas bantuan dan arahnya selama penelitian berlangsung.

Akhirnya, kepada kedua orang tua tercinta saya, Bapak Rauf dan Ibu Marda, mengucapkan limpah terimakasih dan sembah sujud atas doa, pengorbanan dan motivasi mereka selama saya menempuh Pendidikan, kepada adik-adik saya tercinta Iramaya, Muh. Hisyam, Muh. Firdaus, Fadlan Farid atas dukungan dan doa kepada saya selama menempuh pendidikan. kepada rekan Tim Hidroksiapatit Andriani Usman dan Indah Wahda yang selalu memberikan dukungan dan doa selama menjalankan proses penelitian. Kepada sahabat saya St. Humairah yang selalu memberikan dukungan, doa dan semangat, kepada teman-teman seperjuangan Kak Dachlia, Kak Afdalialah Yahya, Kak Intan, Nudia Tuljannah, Aditya Rini Rahmayani atas bantuannya selama proses penyelesaian program magister, dan rasa terimakasih sebesar-besarnya penulis juga ucapkan kepada seluruh keluarga, kerabat, dan teman-teman Angkatan 2021 Ganjil yang tidak dapat dituliskan satu per satu atas dukungan dan semangatnya bagi penulis.

Penulis,



Windasari

## ABSTRAK

WINDASARI. **Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Tutut (*Pila Ampullacea*) Terdoping Seng Nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) yang Dikompositkan dengan Kolagen sebagai Kandidat *Bone Filler*** (Dibimbing oleh Indah Raya dan Syaharuddin Kasim)

Menurut data statistik pada tahun 2009, 200 juta penderita osteoporosis terdapat di seluruh dunia dan diperkirakan pada tahun 2050 sekitar 6,3 juta manusia akan mengalami patah tulang panggul setiap tahun. Sedangkan menurut Departemen Kesehatan Republik Indonesia (Depkes RI) tahun 2013, dari jumlah kecelakaan yang terjadi, terdapat 5,8% korban cedera atau sekitar delapan juta orang mengalami fraktur atau patah tulang. Oleh sebab itu, *biomaterial* dibutuhkan sebagai pengganti tulang (*bone filler*). **Tujuan. Penelitian ini bertujuan** sintesis komposit hidroksiapatit/kolagen/seng nitrat sebagai *Bone Filler*. Bahan dasar dalam pembuatan hidroksiapatit merupakan material yang berasal dari alam, baik anorganik maupun organik dengan memiliki tingkat kalsium yang tinggi. Bahan organik yang digunakan pada sintesis hidroksiapatit ini yaitu cangkang tutut. **Metode penelitian ini** terdiri dari empat tahapan yakni: 1) preparasi sampel cangkang tutut sebagai sumber kalsium yang digunakan dalam pembuatan HAp; 2) sintesis HAp dengan metode presipitasi basah; 3) sintesis komposit HAp-kolagen yang di doping dengan seng nitrat; 4) karakterisasi komposit HAp menggunakan FTIR, XRF, XRD, SEM, dan uji viskositas. **Hasil.** Hasil analisis XRF pada cangkang tutut menunjukkan kandungan CaO sebesar 96,67% sehingga berpotensi sebagai bahan dasar sintesis hidroksiapatit (HAp). *Bone filler* dari komposit HAp/kolagen/seng nitrat dalam bentuk IBS disintesis dan dikarakterisasi. Karakterisasi FTIR pada IBS menunjukkan dari masing-masing senyawa yaitu, hidroksiapatit menunjukkan gugus fungsi ( $OH^-$  dan  $PO_4^{3-}$ ),  $Zn(NO_3)_2$  menunjukkan gugus fungsi (O-N-O), dan kolagen menunjukkan gugus fungsi (N-H, C-H, dan C=O). Karakterisasi XRD diperoleh untuk IBS dengan kemurnian fase HAp sebesar 97%. Karakterisasi SEM menghasilkan IBS dengan ukuran pori 3,85  $\mu m$ . Kemudian, hasil uji viskositas yang diperoleh pada komposit adalah 37 dPa.s. Hasil tersebut sesuai dengan standar pada pembuatan *bone filler* dalam bentuk IBS.

Kata kunci: Bone filler, Cangkang tutut, hidroksiapatit, IBS, kalsium oksida



## ABSTRACT

WINDASARI. ***SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYPATITE FROM THE TUTUT (*Pila ampullacea*) SHELLS DOPED WITH ZINC NITRATE ( $Zn(NO_3)_2$ ) WHERE COMPOSED WITH COLLAGEN AS A BONE FILLER CANDIDATE.*** (Supervised by Indah Raya and Syaharuddin Kasim).

According to statistical data from 2009, 200 million people with osteoporosis exist worldwide, and it is estimated that by 2050, about 6.3 million humans will experience pelvic fractures every year. Meanwhile, according to the Ministry of Health of the Republic of Indonesia (Depkes RI), in 2013, of the number of accidents that occurred, 5.8% of injured victims, or around eight million people, experienced fractures or broken bones. Therefore, biomaterials are needed as a substitute for bone (bone filler). Purpose. This research aims to synthesis hydroxyapatite/collage/-zinc nitrate composites as bone fillers. The basic ingredient in the manufacture of hydroxyapatite is a material that comes from nature, both inorganic and organic, with high calcium levels. The organic material used in the synthesis of hydroxyapatite is tutut shells. This research method consists of four stages, namely: 1) preparation of tutut shell samples as a source of calcium used in the manufacture of HAp; 2) HAp synthesis by wet precipitation method; 3) synthesis of HAp-collagen composites doped with zinc nitrate; 4) characterization of HAp composites using FTIR, XRD, SEM, and viscosity tests. Results. The results of the XRF analysis of the turtle shell showed a CaO content of 96.67%, making it potential as a basic material for the synthesis of hydroxyapatite (HAp). Bone filler from the HAp/collagen/zinc nitrate composite in the form of IBS was synthesized and characterized. FTIR characterization of IBS shows that each compound, namely, hydroxyapatite, shows functional groups ( $OH^-$  and  $PO_4^{3-}$ ),  $Zn(NO_3)_2$  shows functional groups (O-N-O), and collagen shows functional groups (N-H, C-H, and C=O). XRD characterization was obtained for IBS with a HAp phase purity of 97%. SEM characterization produced IBS with a pore size of 3.85  $\mu m$ . Then, the viscosity test results obtained on the composite were 37 dPa.s. These results are in accordance with the standards for making bone filler in the form of IBS.

Keywords: Bone filler, Calcium oxide, injectable bone substitute (IBS), Hydroxyapatite, Tutut shell.

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
HALAMAN JUDUL .....	i
PERNYATAAN PENGAJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TESIS .....	vi
UCAPAN TERIMA KASIH .....	vii
ABSTRAK .....	viii
ABSTRAC .....	ix
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
DAFTAR SINGKATAN .....	xvi
BAB I. Pendahuluan .....	1
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	4
1.3. Tujuan dan Manfaat .....	4
BAB II. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Tutut ( <i>Pila ampullacea</i> ) dengan Metode Presipitasi Basah .....	5
2.1. Abstrak.....	5
2.2. Pendahuluan .....	5
2.3. Metode.....	10
2.3.1. Bahan dan Alat Penelitian.....	10
2.3.2. Preparasi Cangkang Tutut ( <i>Pila ampullacea</i> ).....	10
2.3.3. Kalsinasi CaCO <sub>3</sub> menjadi CaO.....	10
2.3.4. Preparasi Larutan Kalsium.....	11
2.3.5. Preparasi Larutan Fosfat.....	11
2.3.6. Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi.....	11
2.4. Karakterisasi .....	11
2.4.1. Analisis <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF) .....	11
2.4.2. Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	12
2.4.3. Analisis <i>Scanning Electron Microcopy</i> (SEM) .....	12
2.4.4. Analisis <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	12

2.5. Hasil dan Pembahasan.....	12
2.5.1. Preparasi Cangkang Tutut .....	12
2.5.2. Hasil Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi Basah .....	15
2.5.3. Karakterisasi Hasil Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi Basah	16
2.5.3.1. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan FTIR.....	16
2.5.3.2. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan XRD .....	17
2.5.3.3. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan SEM.....	19
2.6. Kesimpulan .....	20
2.7. Daftar Pustaka .....	21
BAB III. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Terdoping Seng Nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) yang Dikompositkan dengan Kolagen sebagai Kandidat Bone Filler .....	25
3.1. Abstrak.....	25
3.2. Pendahuluan .....	25
3.3. Metode.....	27
3.3.1. Bahan dan Alat Penelitian.....	27
3.3.2. Sintesis Komposit Hidroksiapatit/Kolagen Doping Seng Nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ).....	27
3.3.3. Karakterisasi Hasil Sintesis Komposit Hidroksiapatit/Kolagen Doping Seng Nitrat( $Zn(NO_3)_2$ ) .....	28
3.3.3.1. Analisis <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	28
3.3.3.2. Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	28
3.3.3.3. Analisis <i>Scanning Electron Microcopy</i> (SEM) .....	28
3.3.4. Uji Viskositas .....	28
3.4. Hasil dan Pembahasan.....	29
3.4.1. Hasil Sintesis Komposit Hidroksiapatit/Kolagen Doping Seng Nitrat.....	29
3.4.2. Karakterisasi Hasil Sintesis Komposit Hidroksiapatit/Kolagen/Seng Nitrat ....	30
3.4.2.1. Hasil Karakterisasi Kolagen dengan FTIR .....	30
3.4.2.2. Hasil Karakterisasi Seng Nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) .....	31
3.4.2.3. Hasil Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dengan FTIR .....	32
3.4.2.4. Hasil Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dengan XRD.....	33
3.4.2.5. Hasil Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dengan SEM.....	34
3.5. Hasil Uji Viskositas .....	35
3.6. Kesimpulan .....	35
3.7. Daftar Pustaka .....	35
BAB IV. PEMBAHASAN UMUM .....	39

4.1. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Tutut ( <i>Pila ampullacea</i> ) dengan Metode Presipitasi Basah .....	39
4.2. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit/Kolagen/Seng Nitrat( $Zn(NO_3)_2$ ) .....	40
BAB V. KESIMPULAN UMUM .....	42
DAFTAR PUSTAKA .....	43
LAMPIRAN.....	47

**DAFTAR TABEL**

Nomor urut	Halaman
1. Kandungan Mineral Cangkang Tutut Setelah Kalsinasi.....	6
2. Hasil Analisis FTIR Cangkang Tutut Sebelum dan Setelah Kalsinasi .....	14
3. Hasil Analisis XRF Cangkang Tutut.....	14
4. Hasil Analisis FTIR Hidroksiapatit.....	17
5. Puncak Sudut $2\theta$ Hasil Sintesis Hidroksiapatit.....	18
6. Hasil analisis XRD Hidroksiapatit .....	19
7. Karakteristik Gugus Fungsi Kolagen.....	30
8. Hasil analisis XRD Komposit Hidroksiapatit .....	34

**DAFTAR GAMBAR**

Nomor urut	Halaman
1. Cangkang Tutut ( <i>Pilla Ampullacea</i> ) .....	6
2. Struktur Molekul Hidroksiapatit.....	7
3. Struktur Kristal Hidroksiapatit (HAp) .....	7
4. Fenomena Terjadinya Solubisasi pada Permukaan HAp yang Diimplan .....	8
5. Difraktogram Sinar-x HAp Hasil Sintesis Metode Presipitasi .....	9
6. Data SEM HAp Hasil Sintesis Presipitasi Basah Perbesaran 500 X.....	10
7. Cangkang Tutut dan Serbuk Cangkang Tutut.....	13
8. Spektrum FTIR Serbuk Cangkang Tutut Sebelum dan Setelah Kalsinasi.....	13
9. Hidroksiapatit dan Serbuk Hidroksiapatit .....	16
10. Hasil FTIR Hidroksiapatit .....	16
11. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan XRD .....	18
12. Hasil Analisis SEM Hidroksiapatit.....	19
13. Struktur Molekul Kolagen .....	25
14. Suspensi IBS Komposit Hidroksiapatit/Kolagen/Seng Nitrat .....	29
15. Spektrum FTIR Kolagen .....	30
16. Spektrum FTIR Seng Nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ).....	32
17. Spektrum FTIR Komposit Hidroksiapatit.....	32
18. Difraktogram XRD Komposit Hidroksiapatit .....	33
19. Hasil SEM Komposit Hidroksiapatit .....	34

**DAFTAR LAMPIRAN**

Nomor urut	Halaman
Lampiran 1. Bagan Kerja Penelitian.....	47
Lampiran 2. Data Analisis dan Hasil Penelitian .....	53
Lampiran 3. Dokumentasi Penelitian .....	73

**DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG**

Lambang/singkatan	Arti dan penjelasan
dkk.	Dan kawan-kawan
JCPDS	<i>Joint Committee on Powder Diffraction Standard</i>
XRF	<i>X-ray Fluorescence</i>
XRD	<i>X-ray Diffraction</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microcopy</i>
IBS	<i>Injectable Bone Substitute</i>
HAp	<i>Hidroksiapatit</i>



# BAB I

## PENDAHULUAN UMUM

### 1.1. Latar Belakang

Kelainan pada tulang manusia umumnya dimulai ketika menua. Penuaan yang terjadi berjalan seiring dengan waktu sejak manusia dilahirkan (Ciftcioglu, 2000). Organisasi kesehatan dunia *World Health Organization* (WHO) menyatakan bahwa lanjut usia meliputi usia pertengahan (45-59 tahun), lanjut usia (60-74 tahun), usia tua (75-90 tahun), dan usia sangat tua (di atas 90 tahun). Penurunan kemampuan berbagai organ, fungsi, dan sistem tubuh pada umumnya merupakan tanda dari proses menua yang tampak pada usia 45 tahun dan akan menimbulkan masalah pada usia sekitar 60 tahun. Masalah kesehatan yang perlu mendapat perhatian serius pada lanjut usia adalah osteoporosis (Gaol, 2020).

Osteoporosis merupakan kondisi tulang menjadi tipis, rapuh, keropos, dan mudah patah akibat berkurangnya massa tulang yang terjadi dalam waktu yang lama. Secara statistik, osteoporosis didefinisikan sebagai keadaan *Bone Mineral Density* (BMD) yaitu berada di bawah nilai rujukan menurut umur atau standar deviasi. Menurut data statistik pada tahun 2009, 200 juta penderita osteoporosis terdapat di seluruh dunia dan diperkirakan pada tahun 2050 sekitar 6,3 juta manusia akan mengalami patah tulang panggul setiap tahun di seluruh dunia (Limbong dan Syahrul, 2015).

Kelainan dan gangguan pada tulang selain dari penuaan dapat pula terjadi akibat tingginya tingkat kecelakaan yang menyebabkan fraktur atau patah tulang (Wahyudi dkk., 2019). Menurut Departemen Kesehatan Republik Indonesia (Depkes RI) tahun 2013, dari jumlah kecelakaan yang terjadi, terdapat 5,8% korban cedera atau sekitar delapan juta orang mengalami fraktur dengan jenis fraktur yang paling banyak terjadi yaitu fraktur pada bagian ekstremitas atas sebesar 36,9% dan ekstremitas bawah sebesar 65,2% (Andri dkk., 2019) yang menyebabkan terganggunya fungsi organ tubuh atau jaringan yang rusak maupun hilang. Selain itu, pola makan yang tidak sehat juga berpengaruh pada kelainan tulang, di mana 19,7% dari jumlah lansia di Indonesia atau sekitar 3,6 juta orang di antaranya menderita osteoporosis. Meningkatnya insidensi osteoporosis dihubungkan dengan bertambahnya usia dan kebiasaan makan yang kurang baik (Purwaningsih dan Khairani, 2018). Faktor penyakit bawaan lahir maupun infeksi dan tumor juga menjadi penyebab kelainan tulang (Amin dan Ulfah, 2017). Berdasarkan riset dasar kesehatan tahun 2013, didapatkan insiden tumor tulang di Indonesia sebesar 1,6% dari seluruh jenis tumor ganas pada manusia (Mahyudin dkk., 2018). Berdasarkan data tersebut, kelainan pada tulang perlu diperbaiki.

Seiring dengan bertambahnya kasus kelainan tulang, Indonesia akan mengalami kenaikan implan tulang setiap tahunnya. Oleh sebab itu, biomaterial dibutuhkan sebagai pengganti tulang (*bone graft*). Pengambilan graft tulang dapat melalui beberapa cara, diantaranya *autograft* (tulang dari tubuh penderita sendiri), *allograft* (tulang dari tubuh penderita lain yang memiliki hubungan keluarga dekat) dan *xenograft* (tulang hewan) (Firnanelty, 2016). Namun secara klinis, pengambilan *graft*

tulang melalui cara tersebut memiliki beberapa resiko antara lain, tingginya resiko kematian karena melalui operasi sehingga banyak masalah akan timbul seperti adanya rasa sakit yang berlebihan karena perlakuan operasi tulang pada dua tempat yang berbeda, terjadinya efek penolakan pada tubuh pasien, penularan penyakit, kurangnya sifat osteokonduktif, meningkatnya resiko infeksi, serta berkurangnya kekuatan tulang pada bagian yang diambil dan bertambahnya waktu serta biaya operasi (Faraji dkk., 2017). Rata-rata besarnya biaya perawatan fraktur dengan pembedahan di Rumah Sakit (RS) adalah Rp 4.567.422,2 untuk prosedur anggota tubuh bagian atas ringan, Rp 5.956.427,4 untuk prosedur lutut dan tungkai bawah selain kaki ringan dan Rp 8.181.788,4 untuk prosedur paha dan sendi panggul selain sendi mayor ringan (Munawaroh dkk., 2014).

Berbagai resiko yang ditakutkan dari proses penggantian tulang tersebut serta tingginya kebutuhan *bone graft*, para ahli material maju melakukan penelitian untuk memperoleh substitusi tulang berbahan alami dan sintesis yang berasal dari sintetik non-logam yang bisa didapatkan dari bahan keramik (kalium fosfat), komposit dan polimer (Ardhyanto, 2011). Salah satu bahan yang dapat digunakan sebagai implant tulang berbahan dasar biokeramik serta dapat digunakan dalam aplikasi biomedis adalah hidroksiapatit.

Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus molekul  $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$  merupakan biokeramik dan termasuk kelompok apatit yang paling banyak digunakan dalam bidang medis karena memiliki struktur yang hampir sama dengan struktur tulang dan gigi manusia (Pu'ad dkk., 2020), karena sekitar 65% mineral anorganik tulang tersusun atas HAp (Suci dan Ngapa, 2020). Selain itu, permukaan dari HAp ketika dijadikan sebagai implant tulang dan masuk pada lingkungan sekitar implant, dapat mengikat apatit alami dalam tubuh dan mempercepat pembentukan tulang (Afriani dkk., 2020). Dengan demikian, HAp dianggap sebagai salah satu bahan yang mampu dijadikan sebagai implantasi karena kemiripannya dengan bahan tulang alami (Baba dkk., 2013).

Bahan dasar dalam pembuatan HAp merupakan material yang berasal dari alam, baik anorganik maupun organik dengan memiliki kadar kalsium yang tinggi (Sirait dkk., 2020). Sumber anorganik dapat dihasilkan dari batu-batuan yang mengandung fosfat seperti batu kapur, sedangkan sumber organik dapat dihasilkan dari cangkang kerang (Saharudin dkk., 2018), cangkang telur ayam (Rahmawati dkk., 2020), tulang ikan (Zein dkk., 2020) dan tulang sapi (Afifah dan Cahyaningrum, 2020). Berdasarkan sumber alam tersebut, salah satu bahan organik yang dapat digunakan pada sintesis hidroksiapatit yaitu cangkang tutut (Wahyudi dkk., 2021).

Cangkang tutut (*Pila ampullacea*) merupakan sumber kalsium secara alami dan banyak tersedia di Indonesia yang mengandung senyawa makro kalsium karbonat sekitar 97.88 % (Siregar dkk., 2018), sehingga dapat dijadikan sumber hidroksiapatit yang lebih murah bagi masyarakat jika dibandingkan dengan produk hidroksiapatit dari luar negeri (Edrizal dkk., 2020). Meskipun hidroksiapatit sebagai implan tulang terbukti dengan baik, namun HAp memerlukan beberapa peningkatan untuk memiliki daya rekat yang baik pada substrat logam, mengurangi kerapuhan, dan meningkatkan sifat mekanik yang rendah. Oleh sebab itu, salah satu cara untuk memperbaiki sifat mekanik HAp adalah pelapisan dengan logam, komposit dengan polimer, dan komposit dengan keramik agar dapat meniru sifat tulang dengan baik (Bedi dkk., 2012).

Hal yang dapat dilakukan untuk meningkatkan sifat-sifat tertentu dari HAp, seperti kelarutan, bioaktivitas dan osteoinduktivitas, yaitu dengan mencoba memasukkan ion-ion yang berbeda ke dalam strukturnya melalui substitusi ionik (Popa dkk., 2016). Penambahan ion seng (Zn) terhadap biokeramik HAp secara efektif juga dapat membuat pertumbuhan butir menjadi lebih bagus dan meningkatkan sifat mekanik (Purnomo, 2016). Beberapa peneliti telah memilih seng (Zn) sebagai bahan doping terhadap HAp karena Zn adalah logam yang paling umum ditemukan dalam mineral tulang, merangsang pembentukan tulang dan menghambat resorpsi tulang. Selanjutnya, penelitian terbaru menunjukkan bahwa penggabungan Zn ke dalam implan mempercepat proses pembentukan tulang di sekitar material (Popa dkk., 2016). Selain itu, Zn merupakan salah satu ion penting dalam proses pembentukan tulang yang dikenal memiliki sifat antibakteri terhadap bakteri *E.Coli* dan *S.Aureus* (Kurniawan, 2020). Oleh karena itu, sifat sitotoksitas dan antibakteri pada *bone filler* perlu diperhatikan karena produk implan tulang harus bersifat tidak toksik sehingga aman dan tidak memerlukan operasi kedua untuk mengeluarkannya.

Penyempurnakan sifat mekanik HAp dapat pula dilakukan melalui modifikasi dengan menambahkan bahan yang bersifat polimer. Salah satu bahan yang baik digunakan adalah kolagen. Kolagen adalah polimer organik dan merupakan protein yang sangat liat serta menyusun struktur jaringan ikat tulang (Ardhyanto, 2011). Kolagen biasanya terdapat pada tulang rawan, ligamen dan kulit. Selain itu, kolagen merupakan komponen utama dari matrik ekstraseluler dan memiliki sifat biokompatibilitas, biodegradabilitas dan osteokonduktif yang baik (Kurniawan, 2020).

Penelitian terkait penggunaan HAp sebagai implan tulang yang dimodifikasi sudah banyak dilakukan seperti, Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Sifat Biokompatibilitas Komposit Kitosan-Hidroksiapatit Terdoping Seng Sebagai Kandidat Material Pengganti Tulang (*Bone Substitute*) (Pradita, 2016). Penelitian lain yaitu, Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Sifat Mekanik Komposit Kitosan/Hidroksiapatit yang Didoping Seng sebagai Kandidat Material *Bone Substitute* (Purnomo, 2016). Kemudian juga telah dilakukan penelitian mengenai Sintesis Komposit Hidroksiapatit-Kitosan-Pva sebagai *Injectable Bone Substitute*. Komposit hidroksiapatit cangkang tutut kitosan-polivinil alkohol mampu dibuat menjadi *injectable bone substitute* untuk aplikasi defek tulang akibat osteoporosis (Firnanetty, 2016). Berdasarkan pemaparan tersebut, maka dilakukanlah perencanaan penelitian ini dengan judul sintesis komposit hidroksiapatit-kolagen terdoping seng nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) sebagai kandidat *bone filler*.

## 1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana hasil sintesis hidroksiapatit dan komposit hidroksiapatit/kolagen/seng nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) sebagai *Bone Filler*?
2. Bagaimana karakteristik hidroksiapatit dan komposit hidroksiapatit/kolagen/seng nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) sebagai *Bone Filler*?
3. Apakah *Bone Filler* hasil sintesis telah memenuhi syarat sebagai kandidat pengganti tulang?

## 1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mensintesis hidroksiapatit dan komposit hidroksiapatit/kolagen/seng nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) sebagai *Bone Filler*.
2. Menentukan karakteristik hidroksiapatit dan komposit hidroksiapatit/kolagen/seng nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) sebagai *Bone Filler*.
3. Mengevaluasi *Bone Filler* hasil sintesis telah memenuhi syarat sebagai kandidat pengganti tulang.

## 1.4. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang potensi cangkang tutut sebagai prekursor Ca dalam sintesis hidroksiapatit dan komposit hidroksiapatit/kolagen/seng nitrat ( $Zn(NO_3)_2$ ) yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan implan tulang/*Bone Filler*.

## BAB II

### SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG TUTUT (*Pila ampullacea*) DENGAN METODE PRESIPITASI BASAH

#### 2.1. Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil karakterisasi sintesis hidroksiapatit (HAp) dari cangkang tutut (*Pila ampullacea*) yang dilakukan dengan metode presipitasi basah. Cangkang tutut dalam bentuk serbuk, dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 5 jam untuk menghasilkan CaO. Hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRF. Analisis data FTIR sebelum kalsinasi menunjukkan perubahan pita serapan pada bilangan gelombang 1477.47, 1031.92, 1080.07, 862.18, dan 711.73  $\text{cm}^{-1}$  dengan puncak yang tajam, sedangkan setelah kalsinasi puncaknya melebar dengan bilangan gelombang 14717.69 dan 1421.69  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan bilangan gelombang vibrasi CaO yang telah terdekomposisi dari struktur  $\text{CaCO}_3$  dan menghasilkan CaO sebesar 96,67 % sesuai dengan data analisis XRF. Hasil sintesis HAp dengan metode presipitasi basah kemudian dianalisis menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Analisis dengan FTIR menunjukkan gugus fungsi  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$ . Karakteristik gugus fungsi  $\text{OH}^-$  terdapat pada bilangan gelombang 3446.79 dan 3570.24  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan gugus fungsi  $\text{PO}_4^{3-}$  pada vibrasi *stretching* terdapat pada bilangan gelombang 1095.57 dan 1039.63  $\text{cm}^{-1}$ , serta vibrasi *bending* pada bilangan gelombang 632.65, 603.72, dan 570.93  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil analisis dengan XRD sesuai dengan standar JCPDS No. 9002216 pada  $2\theta$  yaitu  $32.0624^\circ$  (121),  $33.0558^\circ$  (300), dan  $49.5875^\circ$  (123) dengan persentasi kemurnian kandungan HAp sebesar 98 % dengan rata-rata ukuran kristal 18,01 nm. Selanjutnya, hasil analisis dengan SEM menunjukkan morfologi permukaan HAp yang memiliki butiran halus dengan rata-rata ukuran partikel 879 nm dan pori yang homogen berbentuk aglomerat.

#### 2.2. Pendahuluan

Cangkang tutut merupakan limbah dari konsumsi daging tutut dan belum memiliki pemanfaatan komersial. Tutut atau keong sawah (*Pila ampullacea*) termasuk hewan dengan kelas grastopoda dan merupakan sejenis siput air tawar yang banyak ditemukan di sawah, parit, serta danau, dan memiliki kandungan kalsium sekitar 98.7% (Muhartanto, 2019). Komposisi pada cangkang tutut hampir seluruhnya dari kalsium karbonat, kalsium fosfat, silikat magnesium karbonat, besi dan zat organik lainnya membentuk sisa komposisi protien struktural dan senyawa fosfor (Syarifuddin dkk., 2020). Berdasarkan data Kementerian Kelautan dan Perikanan tahun 2012, ekspor daging keong sawah sebesar 2.113.654 ton, sedangkan cangkangnya sekitar 40% dari berat keong hanya dibuang sebagai limbah. Komponen penyusun cangkang keong sawah adalah  $\text{CaCO}_3$  (Siregar dkk., 2018). Hal ini merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh (Winata, 2012), cangkang tutut yang dihasilkan dari proses perebusan, pembersihan, pengeringan dan dijadikan serbuk kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) terdapat unsur Ca sebesar 93,439%, unsur Si 1,875%, unsur Al 1,359% dan sekitar 3,328% unsur lainnya (Delvita dkk., 2015). Cangkang tutut (*Pila ampullacea*) merupakan sejenis siput air tawar yang banyak ditemukan di sawah, parit, dan danau, yang memiliki bentuk cangkang agak bundar,

berwarna hijau pekat dan garis-garis berwarna hitam yang berfungsi untuk melindungi tubuhnya yang lunak serta lebih tipis dibandingkan dengan jenis keong lainnya seperti pada Gambar 2.1.



**Gambar 2.1.** Cangkang Tutut

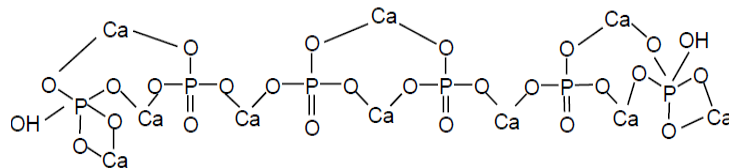
Kandungan kalsium yang tinggi dalam bahan baku utama merupakan syarat untuk sintesis hidroksiapatit (HAp), sehingga cangkang tutut atau keong sawah dapat digunakan sebagai sumber kalsium untuk sintesis HAp (Charlena dkk, 2020). Kalsium yang diperoleh dari cangkang tutut tersebut merupakan kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Dengan demikian, perlakuan khusus diperlukan untuk mengubah kalsium karbonat menjadi CaO yaitu melalui proses kalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 5 jam (Kartikasari, 2014) dengan tujuan menghilangkan kandungan anorganik seperti karbonat. Menurut Raya dkk. (2015), jika kalsium karbonat dipanaskan, maka akan mengubah  $\text{CaCO}_3$  menjadi CaO melalui penyisihan  $\text{CO}_2$  dalam bentuk gas. Hal ini terjadi karena pemanasan yang dilakukan akan menghilangkan pengotor dalam bentuk gas-gas  $\text{O}_2$ , karbonat dan pengotor lainnya yang menyebabkan terjadinya pengurangan massa, sehingga  $\text{CaCO}_3$  terkonversi menjadi CaO. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Siregar dkk. (2018),  $\text{CaCO}_3$  dalam cangkang yang dikalsinasi akan menghasilkan CaO yang merupakan penyusun utama HAp. Tabel 2.1. menunjukkan karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) cangkang tutut setelah dikalsinasi (Kartikasari, 2014).

**Tabel 2.1.** Kandungan mineral cangkang tutut setelah kalsinasi (Kartikasari, 2014)

Mineral	Jumlah (%)
CaO	97,88
Ti	0,12
Mn	0,1
Fe	0,16
Co	0,088

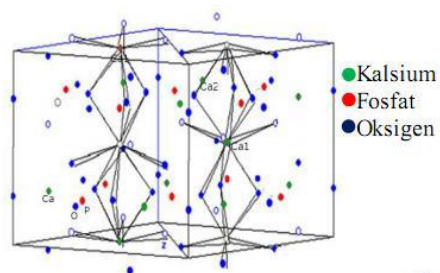
Merujuk pada data-data hasil karakterisasi yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti tersebut, maka cangkang tutut dapat berpotensi sebagai prekursor dalam pembuatan hidroksiapatit (HAp).

Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus molekul  $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$  (Akbar dkk., 2021) adalah kelompok keramik kalsium fosfat yang berasal dari bahasa Yunani (*Apátē* berarti menipu), karena beragam bentuk dan warna yang dimilikinya. HAp merupakan biomaterial yang bersifat osteokonduktif sehingga dapat digunakan dalam *bone filler* implan tulang untuk memperbaiki jaringan-jaringan yang rusak dan tulang yang patah (Siregar dkk., 2018). Beberapa penelitian terbaru di negara lain telah memanfaatkan berbagai bahan alam untuk sintesis material hidroksiapatit dengan berbagai sumber yang mengandung kalsium seperti sisik ikan, batu kapur, membran cangkang telur, gigi sapi, tulang sapi, dan tulang ikan (Asril dan Rahayuningsih, 2020). Sedangkan salah satu bahan alam yang digunakan pada penelitian ini yaitu, sintesis hidroksiapatit dari cangkang tutut (Wahyudi dkk., 2019). Adapun struktur kimia HAp dapat dilihat pada Gambar 2.2. yang membentuk senyawa kristal dengan kisi heksagonal (Purnomo dkk., 2020).



**Gambar 2.2.** Struktur molekul hidroksiapatit (HAp)

Hidroksiapatit pada umumnya mempunyai bentuk bangun ruang seperti balok dengan permukaan atas dan bawahnya mirip bangun datar jajar genjang. Ukuran ideal dari hidroksiapatit adalah dengan lebar dan panjang 0,944 nm serta tinggi sekitar 0,68 nm. Jumlah dan ukuran pori HAp akan dipengaruhi oleh adanya penambahan dari senyawa lain (Elhadad, 2021).

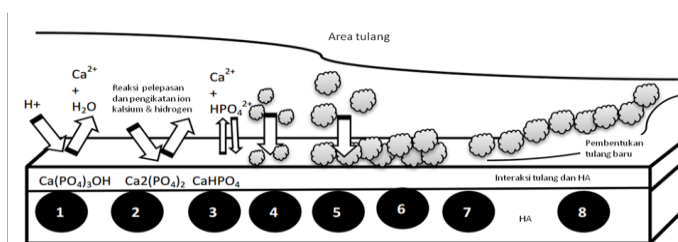


**Gambar 2.3.** Struktur kristal hidroksiapatit (HAp)

Struktur kristal hidroksiapatit yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. mempunyai ukuran yang sama dengan kristal hidroksiapatit tulang, yaitu berkisar 20 - 50 nm. Secara stokiometri, Ca/P hidroksiapatit memiliki ratio 1,67 dan menempati porsi 65% dari fraksi mineral yang ada di dalam tulang manusia. Material ini juga terdapat pada

struktur gigi manusia terutama di dalam dentine dan enamel, sehingga peranan material ini dalam dunia kesehatan sangatlah penting (Suryadi, 2011).

Penggunaan HAp sebagai aplikasi biomedis terutama dijadikan bahan sebagai biomaterial pada implan tulang karena merupakan material keramik yang memiliki sifat stabil secara kimia jika dibandingkan dengan material logam dan polimer (Wardani dkk., 2012) sehingga hidroksiapatit sintetik menunjukkan daya afinitasnya dengan baik yaitu dapat berikatan secara kimiawi dengan tulang. Selain itu, HAp bersifat biokompatibel dimana mineral tersebut tidak menyebabkan reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh manusia karena dianggap sebagai benda asing. sehingga dapat. Selain bersifat biokompatibel, HAp juga bersifat bioaktif yaitu dapat bertindak sebagai tempat pertumbuhan jaringan tulang yang baru (Suci dan Ngapa, 2020).



**Gambar 2.4.** Fenomena terjadinya solubilisasi pada permukaan HAp yang diimplan (Wahyudi dkk., 2019)

Menurut Wahyudi dkk. (2019), diagram skematik mengenai fenomena yang terjadi pada HAp di bagian permukaan setelah dilakukan proses implantasi ke dalam tubuh manusia ditunjukkan pada Gambar 2.4. yaitu fenomena terjadinya solubilisasi pada permukaan HAp yang diimplan:

1. Awal prosedur implan dan solubilisasi HAp pada bagian permukaan dimulai
2. Solubilisasi lanjutan pada permukaan HAp
3. Terjadinya keseimbangan pada permukaan
4. Adsorpsi protein
5. Adhesi sel tulang
6. Proliferasi sel
7. Awal dari pembentukan tulang baru
8. Tulang baru telah terbentuk

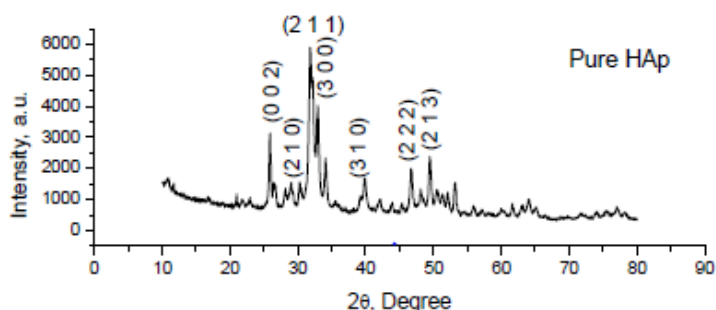
Fenomena tersebut merupakan sifat dari HAp yang juga bioaktif. Bioaktif diartikan sebagai sifat material yang akan terlarut sedikit demi sedikit tetapi membantu pembentukan suatu lapisan permukaan apatit biologis sebelum berantarmuka langsung dengan jaringan pada tingkat atomik, yang menghasilkan ikatan kimia yang baik antara implan dengan tulang. Implan dengan sifat ini memiliki sifat mekanik yang baik (Suryadi, 2011).



Sintesis senyawa hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai cara, salah satunya adalah dengan menggunakan metode presipitasi. Metode presipitasi dilakukan dengan mengendalikan kelarutan bahan di dalam larutan melalui perubahan pH, suhu atau pun pelarut (Haris dkk., 2016). Metode presipitasi merupakan metode yang sering digunakan dalam sintesis HAp karena metode ini memiliki kontrol komposisi dan karakter fisik HAp yang lebih baik serta mudah diaplikasikan, ketersediaan bahan baku dan penggunaan bahan baku relatif murah (Firnanelty, 2016). Selain itu, kristalinitas senyawa apatit meningkat dengan meningkatnya suhu dalam proses sintesis. Suhu pemanasan dalam sintesis senyawa hidroksiapatit berkisar antara 800°C - 1100°C (Mutmainnah dkk., 2017).

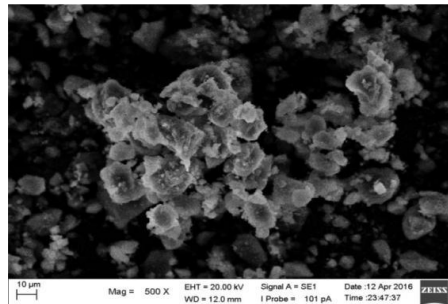
Hidroksiapatit sebagai *bone filler* pada umumnya memperhatikan beberapa karakteristik seperti gugus fungsi dan ukuran pori. Pori-pori yang tidak teratur, tidak homogen dan tidak saling berhubungan satu sama lain atau tidak rekat menjadi faktor yang melemahkan kekuatan tekan hidroksiapatit (Siregar dan Sulistyowati, 2019) untuk mengetahui karakteristik serta morfologi dari hidroksiapatit dilakukan pengujian dengan menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Hasil analisa menggunakan FTIR pada sintesis HAp dengan metode presipitasi menunjukkan adanya gugus  $\text{OH}^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , dan  $\text{CO}_3^-$  pada serapan bilangan gelombang 400 - 4000  $\text{cm}^{-1}$  yang mengindikasikan telah terbentuk fasa hidroksiapatit dengan baik (Herawaty, 2014).

Identifikasi HAp dengan karakterisasi menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) bertujuan untuk mengetahui fasa dan kristalinitas dari sampel. Analisis fasa dilakukan dengan membandingkan puncak  $2\theta$  pada data XRD dengan data standar yang biasa disebut JCPDS (Database Joint Committee On Powder Diffraction Standards). Hasil XRD berupa difraktogram dengan sudut difraksi ( $2\theta$ ) dan intensitas (I) (Akbar dkk., 2021). Merujuk pada penelitian yang telah dilakukan Anushika dkk. (2019), hasil analisis pola difraksi sinar-x sintesis HAp dengan metode presipitasi dicirikan oleh puncak difraksi di antara sudut  $2\theta$  22–80°. Pola XRD menunjukkan bahwa serbuk hasil sintesis merupakan murni fasa tunggal HAp berdasarkan data JCPDS No. 09-0432. Hal ini dibuktikan dari puncak ciri khas yang kuat pada  $2\theta = 31.79^\circ$ ,  $32.09^\circ$ , dan  $49.36^\circ$  tanpa adanya puncak asing seperti pada Gambar 2.5.



**Gambar 2.5.** Difraktogram sinar-x HAp hasil sintesis metode presipitasi

Analisis SEM pada Gambar 2.6. bertujuan untuk melihat morfologi dan ukuran pori dari HAp. Kristal HAp yang diperoleh cenderung berbentuk bulat atau bola dengan ukuran rata-rata pori yang homogen (Firnanelty, 2016).



**Gambar 2.6.** Data SEM HAp hasil sintesis presipitasi basah perbesaran 500 X

## 2.3. Metode

### 2.3.1. Bahan dan Alat Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan adalah cangkang tutut yang diambil dari kabupaten Gowa Sulawesi Selatan, asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) 85%, natrium hidroksida (NaOH), aquabides, pH universal, kertas saring whatman 42, dan aluminium foil. Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)* merk Shimadzu type IR Prestige-21, *X-Ray Diffraction (XRD)* merk Shimadzu 7000, *Scanning Electron Microcopy (SEM)* merk JEOL type JCM6000plus, tanur, oven, ayakan, neraca analitik, hotplate stirrer, mesin penggiling, buret, statif, klem, dan seperangkat alat gelas yang umum digunakan di laboratorium.

### 2.3.2. Preparasi Cangkang Tutut (*Pila ampullacea*)

Sampel cangkang tutut dibersihkan dari kotoran dengan menggunakan air kemudian direbus selama 1 jam, lalu isi cangkang tutut dikeluarkan dari cangkangnya. Selanjutnya cangkang yang diperoleh dikeringkan di bawah sinar matahari sampai kering, kemudian digiling hingga berbentuk serbuk halus (Maisyarah, 2019). Serbuk sampel diayak dengan ayakan 125 mesh untuk menyeragamkan ukuran. Serbuk yang terbentuk selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR.

### 2.3.3. Kalsinasi $CaCO_3$ Menjadi CaO

Serbuk cangkang yang diperoleh dikalsinasi pada suhu  $1000^{\circ}C$  selama 5 jam (Putro dkk., 2020). Proses kalsinasi bertujuan untuk mengubah  $CaCO_3$  menjadi CaO. Sebagian  $CO_2$  akan terlepas dan menyebabkan penurunan massa sampel (Firnanelty, 2016). Serbuk tutut yang telah dikalsinasi dianalisis dengan menggunakan XRF.

### 2.3.4. Preparasi Larutan Kalsium

Serbuk CaO hasil preparasi ditimbang sebanyak 5,6 gram (Mozartha, 2015), kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL lalu ditambahkan 100 mL aquabides sehingga akan terbentuk larutan Ca(OH)<sub>2</sub>. Setelah itu, campuran diaduk dengan kecepatan 300 rpm selama 2 jam pada suhu 40°C (Wardani dkk., 2015).

### 2.3.5. Preparasi Larutan Fosfat

Larutan asam fosfat H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 85% dipipet sebanyak 4,1 mL, kemudian dilarutkan dengan akuades hingga 100 mL sehingga dihasilkan larutan asam fosfat dengan konsentrasi 0,6 M (Pangestu dkk., 2021)

### 2.3.6. Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi

Larutan Ca(OH)<sub>2</sub> dicampurkan dengan larutan asam fosfat 0,6 M sebanyak 100 mL secara perlahan dengan rerata laju penambahannya adalah 1 mL/menit menggunakan metode titrasi hingga semua asam fosfat habis. Selama pencampuran, larutan kalsium hidroksida diaduk dengan kecepatan 300 rpm menggunakan suhu 40°C. Setelah proses pencampuran selesai maka campuran kemudian dihangatkan pada suhu 60°C selama 1 jam dan pH larutan diatur dengan menggunakan larutan natrium hidroksida (NaOH) 1 M hingga mencapai pada pH 10.

Campuran kemudian didiamkan (aging) selama 24 jam pada suhu ruang. Setelah didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang, endapan yang terbentuk kemudian disaring dengan memakai kertas saring whatman 42 dan dicuci dengan akuades sebanyak 3 kali pencucian. Selanjutnya, endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 3 jam. Presipitat kering dikalsinasi menggunakan furnace pada suhu 800°C selama 6 jam untuk meningkatkan derajat kristalinitasnya. Kemudian dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM (Haris dkk., 2016).

## 2.4. Karakterisasi

### 2.4.1. X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat massif, pelet, maupun serbuk. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut diatas ditangkap oleh oleh detektor semi konduktor Silikon Litium (SiLi) (Munasir dkk., 2012).

### 2.4.2. X-Ray Diffraction (XRD)

Pegujian XRD bertujuan untuk mengidentifikasi unsur atau senyawa yang terbentuk, dan mengamati struktur Kristal yang terbentuk. Sampel serbuk dengan permukaan rata dan mempunyai ketebalan yang cukup untuk menyerap alur sinar-X yang menuju keatasnya. Puncak-puncak difraksi yang dihasilkan dengan menggunakan alat pencacah. Alat monitor dapat diputar mengelilingi sampel dan diatur pada sudut terhadap alur datang. Alat monitor  $2\theta$  dijajarkan supaya sumbunya senantiasa melalui dan bersudut tepat dengan sumbu putaran sampel. Intensitas sinar-X yang difraksi sebagai fungsi sudut  $2\theta$ . Data difraksi sinar-X dari sampel kemudian dibandingkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*) (Munasir dkk., 2012).

### 2.4.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian SEM bertujuan untuk mengamati morfologi komposit kolagen-hidroksiapatit didoping seng yang terbentuk. Data hasil SEM berupa gambar dengan perbesaran serta grafik yang menunjukkan intensitas unsur tertentu yang terdapat pada specimen uji. Sampel yang akan dipotret disiapkan terlebih dahulu. Sampel direkatkan dengan karbon pada tempat (*stub*) yang terbuat dari logam dan dilapisi *palladium*. Lalu sampel dimasukkan dalam ruang spesimen dan disinari dengan pancaran elektron (20 kV). Elektron yang dipantulkan lalu dideteksi dengan detektor sintilator yang diperkuat dengan suatu rangkaian listrik yang dapat mengakibatkan timbulnya gambar layar CRT (*Catode Ray Tube*). Lalu dilakukan pemotretan setelah memilih bagian tertentu dari objek dengan pembesaran yang diinginkan sehingga diperoleh foto yang baik dan jelas pada bagian bawah halaman (Meylani dkk., 2012).

### 2.4.4. Fourier Transform Infrared (FTIR)

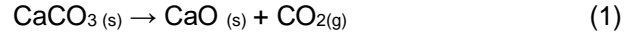
Uji FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terbentuk pada sampel. Sampel berupa serbuk sebanyak 2 mg dicampurkan dengan 100 mg KBr, kemudian dibuat pelet. Setelah itu, dikarakterisasi dengan jangkauan bilangan gelombang  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$  (Winata, 2012.)

## 2.5. Hasil dan Pembahasan

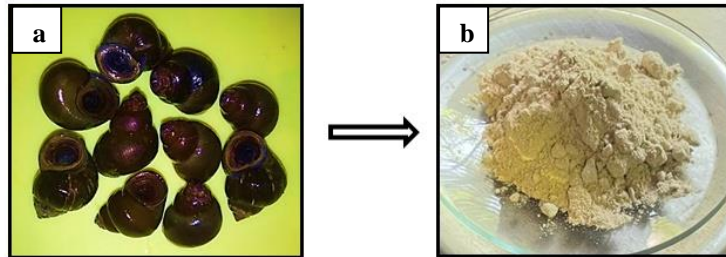
### 2.5.1. Preparasi Cangkang Tutut

Cangkang Tutut (*Pila ampullacea*) adalah sejenis siput air tawar yang banyak ditemukan di sawah dan merupakan limbah dari konsumsi daging tutut yang belum memiliki pemanfaatan komersial. Cangkang tutut yang diperoleh merupakan sumber dari kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Kandungan kalsium karbonat yang terdapat pada Cangkang tutut, selanjutnya akan diubah menjadi kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) melalui proses kalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 5 jam dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan anorganik seperti karbonat. Menurut Raya dkk. (2015), jika kalsium karbonat dipanaskan, maka akan mengubah  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  melalui penyisihan  $\text{CO}_2$  dalam bentuk gas. Hal ini terjadi karena pemanasan yang dilakukan akan menghilangkan pengotor dalam bentuk gas-gas  $\text{O}_2$ , karbonat dan pengotor lainnya

yang menyebabkan terjadinya pengurangan massa, sehingga  $\text{CaCO}_3$  terkonversi menjadi  $\text{CaO}$ . Kondisi ini juga menyebabkan seluruh kandungan organik pada Cangkang tutut terbakar habis menjadi  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  yang dapat dilihat pada reaksi berikut.

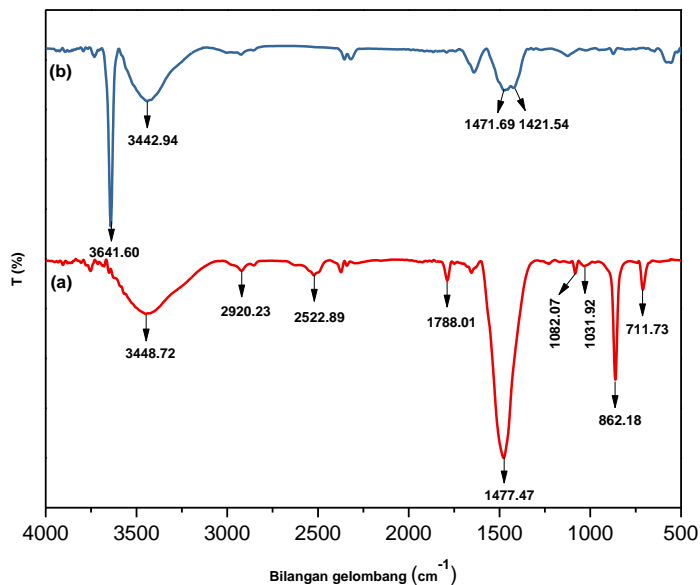


Gambar 2.7. menunjukkan perubahan cangkang tutut yang telah diolah sampai menjadi serbuk dan menjadi bahan baku utama dalam sintesis HAP.



**Gambar 2.7.** (a). Cangkang Tutut (b). Serbuk dari Cangkang Tutut

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan FTIR, perubahan yang terjadi pada serbuk Cangkang tutut sebelum dan setelah kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 2.8.



**Gambar 2.8.** Spektrum FTIR dari serbuk cangkang tutut (a). Sebelum kalsinasi (b). Setelah kalsinasi

Spektrum IR Cangkang Tutut sebelum kalsinasi pada Gambar 2.8. terdapat bilangan gelombang  $3448.72 \text{ cm}^{-1}$  dan setelah kalsinasi juga muncul bilangan gelombang  $3442.94 \text{ cm}^{-1}$  dan  $3641.60 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan pita serapan vibrasi gugus O-H dari  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  disebabkan oleh dasar pembentukan kelompok gugus O-H yang melekat di atom kalsium (Dampang, 2020). Selain itu, dapat juga dilihat adanya perubahan pita serapan pada bilangan gelombang  $1477,47 \text{ cm}^{-1}$ , dimana pada daerah tersebut serbuk cangkang tutut sebelum kalsinasi memiliki puncak yang tajam sedangkan setelah kalsinasi puncaknya melebar. Hal ini merupakan bilangan gelombang vibrasi C-O pada gugus fungsi karbonat dari  $\text{CaCO}_3$ . Menurut Henggu (2019), unsur CaO yang telah terdekomposisi dari struktur  $\text{CaCO}_3$  teridentifikasi pada kisaran panjang gelombang  $1.714$ ;  $1.630$ ;  $1.472$  dan  $920 \text{ cm}^{-1}$  yang diakibatkan oleh proses kalsinasi dengan suhu yang tinggi. Hasil analisis FTIR serbuk cangkang tutut sebelum dan setelah kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

**Tabel 2.2.** Hasil analisis FTIR cangkang tutut sebelum dan setelah kalsinasi

Vibrasi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )		
	Sebelum kalsinasi	Setelah kalsinasi	
Hidroksil ( $\text{OH}^-$ )	3448.72	3442.94 3641.60	
Karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ )	$\nu_1$	1031.92 1082.07	- -
	$\nu_2$	862.18	-
	$\nu_3$	1477.47	-
	$\nu_4$	711.73	-
	Kalsium oksida	-	1421.54 1471.69

Merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Winata (2012), cangkang tutut yang dihasilkan dari proses perebusan, pembersihan, pengeringan dan dijadikan serbuk, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF).

**Tabel 2.3.** Hasil analisis XRF cangkang Tutut

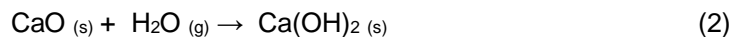
Parameter	Hasil (%)
CaO	96.67
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1.41
$\text{SiO}_2$	0.97
SrO	0.586
$\text{P}_2\text{O}_5$	0.207
$\text{TiO}_2$	0.079

Berdasarkan uji karakterisasi XRF yang telah dilakukan, pada Tabel 2.3. menunjukkan data hasil analisis XRF cangkang tutut setelah melalui proses kalsinasi dan diperoleh hasil CaO sekitar 96.67%, sehingga cangkang tutut terbukti dapat dijadikan sebagai prekursor pembuatan hidroksiapatit (HAp). Hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Siregar dkk., (2018), menyatakan bahwa CaCO<sub>3</sub> dalam cangkang yang dikalsinasi akan menghasilkan CaO yang merupakan penyusun utama HAp.

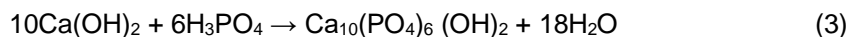
### 2.5.2. Hasil Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi Basah

Metode yang digunakan untuk mensintesis hidroksiapatit pada penelitian ini yaitu dengan menggunakan metode presipitasi basah. Selain karena paling sering digunakan dalam sintesis HAp, metode ini juga digunakan karena memiliki beberapa keunggulan seperti prosesnya sederhana, waktu reaksi singkat, suhu kerja rendah, menghasilkan tingkat kemurnian dan kristalinitas yang tinggi (Wahyudi dkk., 2021), biaya operasional yang rendah, serta skalabilitas dan reproduktifitas yang dihasilkan lebih banyak tanpa menggunakan pelarut organik (Ratnasari dkk, 2021). Sintesis HAp dilakukan dengan menggunakan CaO dari cangkang tutut sebagai sumber kalsium dan asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) sebagai sumber fosfat.

Tahap pembuatan HAp yaitu melarutkan serbuk CaO menggunakan aquabides dengan tujuan untuk menghidrasi CaO menjadi Ca(OH)<sub>2</sub> melalui persamaan reaksi berikut:



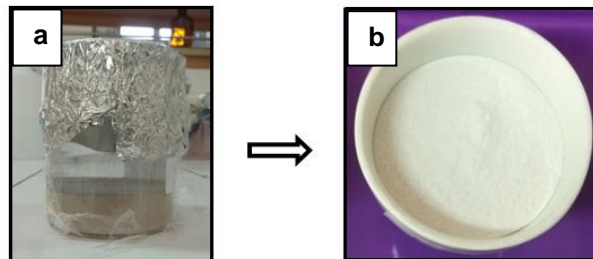
Larutan Ca(OH)<sub>2</sub> kemudian direaksikan dengan larutan asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Prekursor fosfat yang berupa asam fosfat bertujuan untuk menambahkan ion fosfat pada sintesis HAp yang nantinya akan menghasilkan hidroksiapatit dan air (Puspita dan Cahyaningrum, 2017) seperti yang ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut:



Proses sintesis berlangsung dengan menambahkan larutan NaOH 1 M tetes demi tetes untuk meningkatkan pH larutan hingga pH 10, karena hidroksiapatit akan membentuk fasa yang stabil pada pH 10 (Insiyah dan Cahyaningrum, 2019). Menurut Firnanely (2016), pH larutan yang kurang dari 10 atau lebih dari 10 akan menyebabkan terbentuknya kalsium monofosfat dan kalsium dehidrat yang mudah larut dalam air.

Hasil reaksi selanjutnya dibiarkan (*aging*) selama 24 jam pada suhu ruang yang bertujuan untuk memaksimalkan proses pertumbuhan kristal. Kemudian campuran didekantasi untuk memisahkan endapan dan pelarut (Ratnasari dkk., 2020). Setelah itu, endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105<sup>o</sup>C selama 3 jam untuk mengurangi kadar air. Presipitat kering yang dihasilkan dikalsinasi menggunakan furnace pada suhu 800<sup>o</sup>C selama 6 jam untuk meningkatkan derajat kristalinitasnya (Haris dkk., 2016) Hidroksiapatit sebagai *bone filler* pada umumnya memperhatikan beberapa karakteristik seperti gugus fungsi dan ukuran pori. Pori-pori yang tidak teratur, tidak homogen dan tidak saling berhubungan satu sama lain atau

tidak rekat menjadi faktor yang melemahkan kekuatan tekan hidroksiapatit (Siregar dan Sulistyowati, 2019). Sehingga, untuk mengetahui karakteristik serta morfologi dari hidroksiapatit dilakukan pengujian dengan menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Hasil sintesis HAp hingga menjadi serbuk dapat dilihat pada Gambar 2.9.

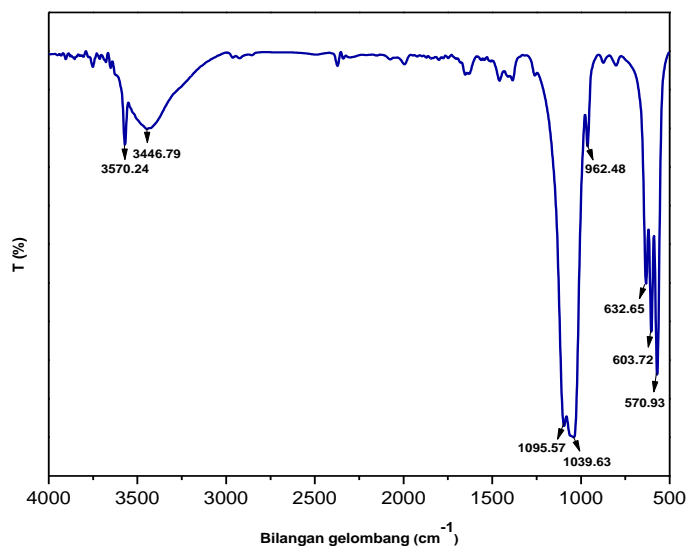


**Gambar 2.9.** (a). Hidroksiapatit (b). Serbuk hidroksiapatit

### 2.5.3. Karakterisasi Hasil Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi

#### 2.5.3.1. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Hasil analisis menggunakan FTIR pada sintesis HAp dengan metode presipitasi bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsional pada hidroksiapatit secara kualitatif berdasarkan absorbansinya terhadap inframerah yang ditandai dengan adanya gugus  $\text{OH}^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , dan  $\text{CO}_3^-$  (Herawaty, 2014) pada pergeseran panjang gelombang di daerah  $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  (Khoiriyah, 2018). Hasil analisis FTIR hidroksiapatit dapat dilihat pada Gambar 2.10.



**Gambar 2.10.** Spektrum FTIR dari hidroksiapatit



Berdasarkan Gambar 2.10. di atas, hasil analisis HAp tersebut menunjukkan adanya getaran gugus fungsi ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) dan ( $\text{OH}^-$ ), yang menunjukkan pembentukan fase hidroksiapatit yang tepat. Hasil analisis HAp yang diperoleh, diidentifikasi gugus fosfat yang terdiri dari gugus fosfat *bending* dan gugus fosfat *stretching*, dimana gugus fosfat *bending* berada pada bilangan gelombang 560–601  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan fosfat *stretching* berada pada bilangan gelombang 1000–1050  $\text{cm}^{-1}$  (Afifah dan Cahyaningrum, 2020). Hal yang sama juga dilaporkan (Gago dan Ngapa, 2021), bawa ikatan  $\text{PO}_4^{3-}$  yang paling kuat terdapat pada vibrasi *stretching* pada bilangan gelombang 1000-1050  $\text{cm}^{-1}$ , serta vibrasi *bending* diamati pada bilangan gelombang 560-601  $\text{cm}^{-1}$ .

Analisis dengan FTIR juga menunjukkan hasil gugus fungsi  $\text{OH}^-$  pada bilangan gelombang 3446.79  $\text{cm}^{-1}$  dan 3570.24  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilaporkan oleh (Edrizal dkk., 2020) dengan gugus fungsi  $\text{OH}^-$  pada bilangan gelombang 3572  $\text{cm}^{-1}$ . Getaran yang sama juga dilaporkan oleh (Shojai dkk., 2013), di mana gugus fungsi  $\text{OH}^-$  yang baik ditunjukkan pada bilangan gelombang 3412,48  $\text{cm}^{-1}$ . Selain itu, hal yang sama juga sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh (Sirait dkk., 2020), dimana bilangan gelombang vibrasi  $\text{OH}^-$  terdapat pada bilangan gelombang 3444,46  $\text{cm}^{-1}$ . Berdasarkan hasil analisis ini, dapat disimpulkan bahwa sintesis hidroksiapatit dengan suhu sintering 800°C menunjukkan tingkat kemurnian HAp, dengan munculnya gugus fungsi  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  sebagai ciri khas HAp. Hasil analisis FTIR pada HAp dapat dilihat pada Tabel 2.4.

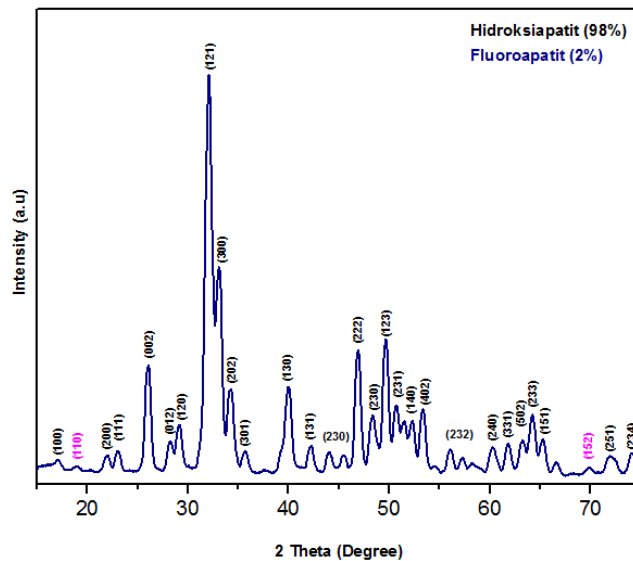
**Table 2.4.** Hasil analisis FTIR hidroksiapatit

Vibrasi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	
Fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ )	$\nu_1$	962.48
	$\nu_2$	358.76
	$\nu_3$	1039.63
		1095.57
	$\nu_4$	570.93
		603.72
		632.65
Hidroksil ( $\text{OH}^-$ )	3446.79	
	3570.24	

### 2.5.3.2. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Identifikasi HAp dengan karakterisasi menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) bertujuan untuk mengetahui fasa dan kristalinitas dari sampel. Analisis fasa dilakukan dengan membandingkan puncak  $2\theta$  pada data XRD dengan data standar yang biasa disebut JCPDS (Database Joint Committee On Powder Diffraction Standards). Hasil XRD berupa difraktogram dengan sudut difraksi ( $2\theta$ ) dan intensitas (I) (Akbar dkk., 2021). Selain itu, analisis sampel dengan menggunakan XRD dilakukan bertujuan untuk mengetahui puncak khas yang terbentuk pada HAp yang dicirikan oleh puncak difraksi pada  $2\theta$  22-80°C (Firnanely, 2016).

Secara umum, hasil karakterisasi XRD memperlihatkan spektrum dengan puncak yang halus dan tajam yang dapat dilihat pada Gambar 2.11. (Qothrunada dkk., 2023).



**Gambar 2.11.** Difraktogram XRD dari hidroksiapatit

Pola XRD HAp yang diamati pada Gambar 2.11. menunjukkan puncak difraksi yang terbentuk pada HAp sudah sesuai dengan standar JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) No. 9002216. Hasil tersebut menunjukkan tiga puncak tertinggi pada  $2\theta$  yaitu  $32,0624^\circ$  (121);  $33,0558^\circ$  (300); dan  $49,5875^\circ$  (123);. Hal ini juga tidak jauh berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh (Anushika dkk., 2019), menunjukkan karakteristik HAp yang sesuai dengan bidang hkl pada  $2\theta$   $25,89^\circ$  (002);  $31,79^\circ$  (211);  $32,09^\circ$  (300);  $39,7^\circ$  (310);  $46,6^\circ$  (222); dan  $49,36^\circ$  (213). Adapun puncak sudut  $2\theta$  hasil sintesis hidroksiapatit dapat dilihat pada Tabel 2.5.

**Tabel 2.5.** Puncak sudut  $2\theta$  hasil sintesis hidroksiapatit

Hidroksiapatit	Bidang Kristal (hkl)				
	(002)	(121)	(300)	(222)	(123)
	26,0110	32,0624	33,0558	46,8243	49,5875

Berdasarkan hasil analisis HAp menggunakan XRD, diperoleh persentasi kemurnian kandungan HAp dari cangkang tutut yaitu sebesar 98 % dengan suhu sintering  $800^\circ\text{C}$ , yang membentuk senyawa kristal dengan kisi berbentuk hexagonal. Hal ini sesuai dengan teori yang menyebutkan bahwa hidroksiapatit (HAp) adalah kelompok keramik kalsium fosfat dengan struktur kimia yang membentuk senyawa kristal dengan kisi heksagonal (Purnomo dkk., 2020). Sedangkan kemurnian kandungan HAp yang diperoleh tersebut, tidak terlepas dari pengaruh suhu sintering yang dilakukan. Menurut penelitian yang dilakukan oleh (Hadiwinata dkk., 2023) optimalisasi penggunaan suhu sintering dari  $800^\circ\text{C}$  sampai  $1000^\circ\text{C}$ , diperoleh suhu

optimum pada pembentukan HAp adalah 800°C dengan menghasilkan derajat kristalinitas yang tinggi. Hal ini membuktikan bahwa hidroksiapatit yang terbuat dari cangkang tutut dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam pembuatan hidroksiapatit.

Hasil analisis XRD selain digunakan untuk menganalisis hasil dari sudut difraksi  $2\theta$ , struktur kristal, dan persen kemurnian dari HAp (Salsabila., dkk 2023), pada XRD dapat pula dilakukan analisis ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos(\theta)}$$

Dimana D adalah ukuran diameter hidroksiapatit, k adalah konstanta material (0,89),  $\lambda$  adalah panjang gelombang (0,1541 nm),  $\beta$  adalah *full width at half maximum* (FWHM) dan  $\theta$  adalah sudut difraksi sinar XRD (Yanti dan Gandi, 2020). Data hasil perhitungan ukuran Kristal dari HAp dapat dilihat pada Tabel 2.6.

**Tabel 2.6.** Hasil analisis XRD hidroksiapatit

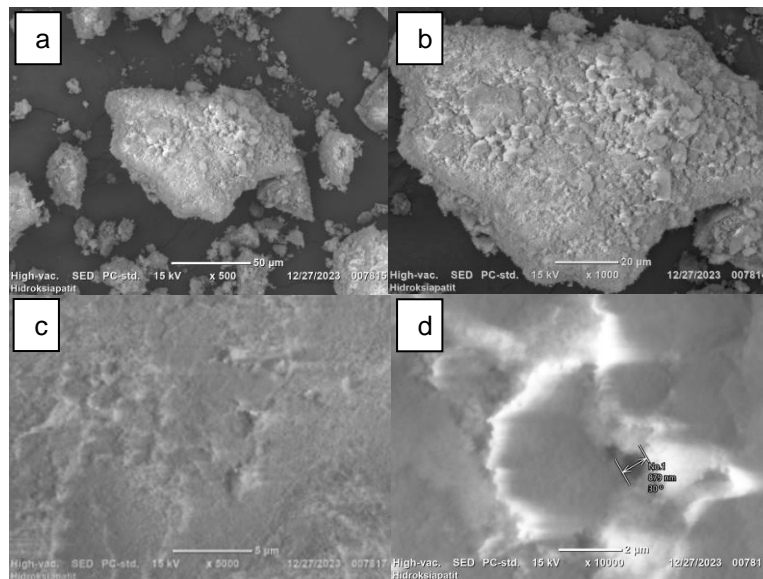
Nomor Puncak	$2\theta$	FWHM (deg)	Intensitas	FWHM ( $\beta$ )	D (nm)
20	49,5875	0,39500	41	0,00689	22,36
9	33,0558	0,41930	62	0,00731	19,81
8	32,0624	0,70170	100	0,01224	11,85

Tabel 2.6 menunjukkan data perhitungan dari analisis XRD hidroksiapatit menggunakan persamaan Scherrer. Berdasarkan hasil tersebut, diperoleh nilai rata-rata ukuran kristal sebesar 18,01 nm. Hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Suryadi (2011) yang menyatakan bahwa, ukuran kristal dari HAp yang baik adalah berada pada rentang 15 – 50 nm.

### 2.5.3.3. Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Analisis *Uji Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan dengan tujuan untuk melihat bentuk morfologi permukaan sampel HAp. Hasil uji SEM HAp dapat dilihat pada Gambar 2.12. Morfologi permukaan HAp menunjukkan butiran halus dengan ukuran partikel 879 nm. Menurut Hanura dkk. (2017), ukuran partikel HAp dengan kisaran ukuran 800-900 nm dikategorikan dalam golongan nanopartikel. Morfologi HAp juga menunjukkan rata-rata ukuran pori yang homogen. Oleh karena itu, pori HAp yang terdapat di antara butiran HAp diharapkan memiliki kemampuan sebagai media pertumbuhan tulang baru setelah implantasi (Suci dan Ngapa, 2020). Selain itu, HAp yang dihasilkan berbentuk aglomerat dan tidak terdapat permukaan dengan tepi runcing dan tajam yang menyerupai bentuk jarum (Sari dkk., 2022). Hal tersebut menunjukkan bahwa morfologi HAp yang disintesis pada penelitian ini tidak membahayakan bagi tulang manusia. Implan yang memiliki tepi yang tajam dapat

melukai jaringan lunak pada tulang disekelilingnya sehingga dapat terjadi peradangan (Gago dan Ngapa, 2021).



**Gambar 2.12.** Hasil analisis SEM hidroksiapatit (a). SEM dengan perbesaran 500 X (b). SEM dengan perbesaran 1000 X (c). SEM dengan perbesaran 5000 X (d). SEM dengan perbesaran 10000 X

## 2.6. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, kandungan unsur CaO pada cangkang tutut melalui karakterisasi menggunakan FTIR diperoleh unsur CaO teridentifikasi pada kisaran panjang gelombang  $1421.54$  dan  $1471.69\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan kandungan unsur CaO pada cangkang tutut melalui karakterisasi menggunakan XRF diperoleh hasil CaO sebesar 96.67%. Hasil sintesis hidroksiapatit (HAp) menggunakan metode presipitasi basah dengan karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan gugus fungsi  $\text{PO}_4^{3-}$  dan  $\text{OH}^-$  sebagai ciri khas HAp. Karakteristik gugus fungsi  $\text{OH}^-$  terdapat pada bilangan gelombang  $3446.79$  dan  $3570.24\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan gugus fungsi  $\text{PO}_4^{3-}$  pada vibrasi *stretching* terdapat pada bilangan gelombang  $1095.57$  dan  $1039.63\text{ cm}^{-1}$ , serta vibrasi *bending* pada bilangan gelombang  $632.65$ ,  $603.72$ , dan  $570.93\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian, hasil analisis dengan XRD sudah sesuai dengan standar JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) No. 9002216. Hasil pola XRD menunjukkan tiga puncak tertinggi pada  $2\theta$  yaitu  $32.0624^\circ$  (121);  $33.0558^\circ$  (300); dan  $49.5875^\circ$  (123); dengan persentasi kemurnian kandungan HAp yaitu sebesar 98 % dengan rata-rata ukuran kristal 18,01 nm. Selanjutnya, hasil analisis dengan SEM menunjukkan morfologi permukaan HAp yang memiliki butiran halus dengan ukuran partikel 879 nm dan memiliki pori yang homogen berbentuk aglomerat.

## 2.7. Daftar Pustaka

- Afifah Fifi, Cahyaningrum Sari Edi. (2020). Synthesis and Characterization Of Hydroxyapatite From Cow Bones (Bos Taurus) Using Calcination Techniques. *UNESA Journal of Chemistry* 9 (3): 190-196.
- Akbar A.F., Aini Filza Qurrota, Nugroho Browi, Cahyaningrum Sari Edi. 2021. Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Tulang Ikan Baung (Hemibagrus Nemurus Sp.) Sebagai Kandidat Implan Tulang. *Jurnal Kimia Riset* 6 (2): 93-101.
- Anushika, Sharma Prakhar, Begam Howa. 2019. Synthesis and Characterization of Pure and Titania Doped Hydroxyapatite. *AMMMT*: 302-307.
- Asril, A., dan Rahayuningsih, J. 2020. Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Patin melalui Metode Presipitasi. *Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan* 4 (1): 12-16. doi.org/10.19109/alkimia.v4i1.4633.
- Charlena, Maddu Akhiruddin, Hidayat Tatang. (2022). Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite form Green Shell with Sol-Gel Method. *Jurnal Kimia Valensi* 8 (2): 269-279.
- Dampang Sarah, Purwanti Endah. (2020). Characterization of Seashell Waste through Calcination Process. *Jurnal Teknik Kimia* 7 (2): 135-141.
- Delvita, Haryana., Djusmaini Djamas dan Ramli. 2015. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakterisasi Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dalam Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*) yang Terdapat di Kabupaten Pasa sman. *Pillar Of Physics* 6: 17-24.
- Edrizal, Desnita dan Geminastiti Surya. 2020. Pengaruh Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*) Terhadap Pembentukan Tulang Baru (Remodeling Tulang). *Health & Medical Journal* 2 (2): 42-51.
- Elhadad Autar Mubarrak. 2012. Pengaruh Suhu Hidrotermal Dalam Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dengan Memanfaatkan Potensi Udang Papani (Acetes Erythraeus) Sebagai Sumber Kalsium. Skripsi. Universitas Jambi, Jambi.
- Firnanelty. (2016). Komposit Hidroksiapatit-Kitosan-Pva Sebagai Injectable Bone Substitute. Tesis. Sekolah Pascasarjana Institute Pertanian Bogor, Bogor.
- Gago Jumilah, Ngapa Yulius Dala. (2021). Chicken Egg Shells as a Basic Material In The Synthesis of Hydroxyapatite with the Wet Precipitation Method. *Cakra Kimia* 8 (1): 29-34.
- Hadiwinata Bagus, Dewi Fera R., Fransiska Dina, Dharmayanti Niken, Aulia Deni *et al.*, (2023). Pengaruh Suhu Sintering pada Sintesis Hidroksiapatit dari Tepung CaO Cangkang Rajungan (Portunus sp.) *MARINADE* 6 (2): 37-46.
- Haris, Al., Ahmad Fadli dan Silvia Reni Yenti. 2016. Sintesis Hidroksiapatit Dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Presipitas dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . *JOM FTEKNIK* 3 (2): 1-10.

- Hanura Aditya Bayu, Trilaksani Wini, Suptijah Pipih. 2017. Karakterisasi Nano hidroksiapatit Tulang Tuna *Thunnus* Sp Sebagai Sediaan Biomaterial. Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis 9 (2): 619-629.
- Henggu Krisman Umbu, Ibrahim Bustami, Suptijah Pipih. (2019). Hidroksiapatit Dari Cangkang Sotong Sebagai Sediaan Biomaterial Perancah Tulang . JPHPI 22 (1): 1-13.
- Herawaty, Lenita. 2014. Sintesis Nano Hidroksiapatit Dari Cangkang Tutut (*Bellamya Javanica*) dengan Metode Presipitasi Dan Hidrotermal. Tesis. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Insiyah, & Cahyaningrum, S. E. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Batu Kapur Dengan Metode Pengendapan Basah. Unesa Jurnal Of Chemistry 8 (3): 1-7.
- Kartikasari, Niva Dian. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*) dengan Porogen Lilin Sarang Lebah Sebagai Aplikasi Scaffold. Skripsi. Universitas Airlangga, Surabaya.
- Khoiriyah Muslimatul, Cahyaningrum Sari Edi. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Bone Graft dari Komposit Hidroksiapatit/Kolagen/Kitosan (HA/Coll/Chi) dengan Metode Ex-Situ sebagai Kandidat Implan. Unesa Journal of Chemistry 7 (1): 25-29.
- Maisyarah, Atika Oktaviana., Anis Shofiyani dan Rudiyanisya. (2019). Sintesis Cao Dari Cangkang Kerang Ale-Ale (*Meretrix Meretrix*). Jurnal Kimia Khatulistiwa 8 (1): 37-40.
- Meylani, W. D. T. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Makropori untuk Aplikasi Bone Filler. Skripsi. Universitas Airlangga, Surabaya.
- Muhartanto, Yusuf Windu, 2019. Pemanfaatan Tepung Kalsium Cangkang Tutut (*Pila ampullacea*) dan Bakteri *Lactobacillus* sp. Dalam Air Limbah Tahu sebagai Penguat Struktur Tanah pada Biosementasi. Skripsi. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Jakarta.
- Munasir, Twikantoro, Zainuri, M., dan Darminto. 2012. Uji XRD Dan XRF Pada Bahan Meneral (Batuan Dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas ( $\text{CaCO}_3$  DAN  $\text{SiO}_2$ ). Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA) 2 (1): 20-29. ISSN: 2087-9946.
- Mutmainnah, Sitti Chadijah dan Wa Ode Rustiah. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Tuna (*Thunnus Albacores*) dengan Metode Presipitasi. Al-kimia 5 (2): 119-126.
- Pangestu Titan Obby. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Kalsium Fosfat dari Cangkang Bekicot dengan Metode Presipitasi. CHEESA 4 (2): 82-90.
- Purnomo, Setyar Putu., H. Riyadi Tri. WB dan Sulistyaningsih Dwi. 2020. Tinjauan Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit-Zeolit untuk Aplikasi Implan Tulang. Transaksi FME 48: 523-231.

- Puspita, F. W., & Cahyaningrum, S. E. (2017). Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras (*Gallus Gallus*) Menggunakan Metode Pengendapan Basah. *UNESA Journal of Chemistry* 6 (2): 100-106.
- Putro, Iqbal Widiyono, Teguh Agung Prabowo, Bambang Wahyudi. (2020). Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Darah. Seminar Nasional Teknik Kimia Soebardjo Brotohardjono XVI.
- Gothrunnada Glenis Grytha, Agusmawanti Prima, Sari Rina Kartika. 2023. The effect of 20% duck egg (*anas platyrhynchos domesticus*) nanohydroxyapatite extract gel on microporosity of eroded permanent teeth. *MEDALI Jurnal* 5 (2): 74-80.
- Ratnasari Ayu, Sofianingsih Naili, Nizar Muhammad Syaifun, Hernawan. (2020). Synthesis of E-TCP by Wet Precipitation Method from Natural Lime. *Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia* 9 (2): 101-108.
- Raya, Indah., Erna Mayasari, Afdaliah Yahya, Muhammad Syahrul dan Andi Ilham Latunra. 2015. Synthesis And Characterizations Of Calcium Hydroxyapatite Derived From Crabs Shells (*Portunus Pelagicus*) And Its Potency In Safeguard Against To Dental Demineralizations. *International Journal of Biomaterials*. 1-8. <http://dx.doi.org/10.1155/2015/469176>.
- Salsabila Nada, Amelia Vina, Fitriani S. Riska. (2023). Sintesis dan Karakterisasi Komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari Tulang Kambing Sebagai Adsorben Ion Logam Timbal(II). *Seminar Nasional Kimia*, 49-59.
- Sari Rodiah Nurbaya, Fransiska Dina, Dewi Fera Roswita, Sinurat Ellya. 2021. Karakteristik Sediaan Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Simpson (*Amusium pleuronectes*) dengan Perlakuan Suhu dan Waktu Sintering. *JPB Kelautan dan Perikanan* 17 (1): 31-42.
- Shojai Mehdi Sadat, Khorasani Mohammad-Taghi, Khoshdarg Ehsan Dinpanah, Jamshidi Ahmad. (2013). Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite indiverse structures. *Science Direct*, 1-31.
- Sirait, M., Sinulingga, K., Siregar, RSD. (2020). Synthesis Of Hydroxyapatite from Limestone by using Precipitation Method. In. 6<sup>th</sup> Annual International Seminar on Trends in Science and Science Education. IOP Publishing.
- Siregar Robertinus Filustra dan Endang Sulistyowati. 2019. Karakteristik Hidroksiapatit Porous dari Prekursor Cangkang Keong Sawah Dan Bahan Porogen Pati Sukun. *Eksergi* 16 (2): 59-63. SSN: 1410-394X.
- Siregar Robertinus Filustra., Fajar Rizqy Widyawan, Ihda Zulfa Pratiwidan Endang Sulistyawati. 2018. Sintesis Biomaterial Hidroksiapatit Porous dengan Prekursor Cangkang Keong Mas dan Porogen Pati Sukun (*Artocarpus altilis*). *Seminar Nasional Teknik Kimia*: 195-202.
- Suci Ida Ayu, Ngapa Yulius Dala. (2020). Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite (HAp) From Ale-Ale Cell Shells Using The Double Stirring Precipitation Method. *Cakra Kimia* 8 (2): 73-81.

- Suryadi, 2011. Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatiti dengan Prose Pengendapan Kimia Basah. Tesis. Universitas Indonesia, Depok.
- Syarifuddin, Rinaldhi Ridha'al., Hieryco Manalip dan Mielke R. I. A. J. Mondoringin. 2020. Pengaruh Penggunaan Serbuk Cangkang Keong Sawah Sebagai Substitusi Parsial Semen Terhadap Nilai Modulus Elastisitas Pada Suhu Kalsinasi 900°C. Jurnal Sipil Statik 8 (5): 655-664. ISSN: 2337-6732.
- Wahyudi Tri Cahyo, Sukmana Irza, Savetlana Shirley. 2019. Potensi Pengembangan Material Implan Tulang Hidroksiapatit Berbasis Bahan Alam Lokal. Book Chapter Kolokium Teknik 1: 1-5.
- Wardani, Novika Sri., Ahmad Fadli dan Irdoni. 2015. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi. JOMF TEKNIK 2 (1): 1-6.
- Winata, Bayu C., 2012. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Sawah (*Pila ampullacea*), Tesis. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Yanti Pepi Helza, Gandi Yendro. 2020. Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Sifat Fisika-Kimia Hidroksiapatit dari Cangkang *Geloina Coaxans*. Chem. Prog 13 (2): 102-106.