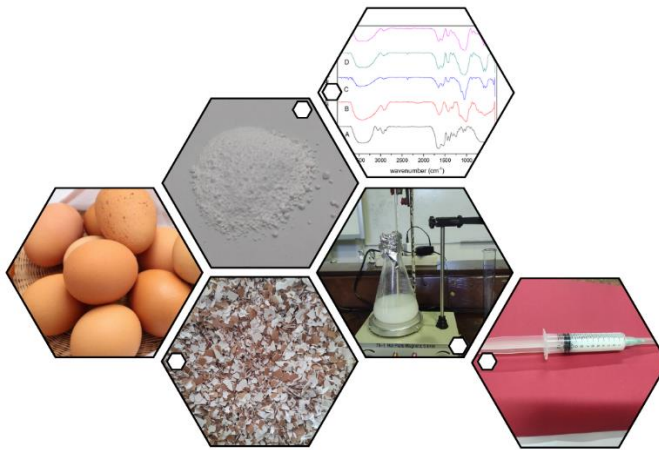


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG  
TELUR AYAM YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN KOLAGEN DAN  
KITOSAN SEBAGAI KANDIDAT *INJECTABLE BONE SUBSTITUTE***

*SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYAPATITE FROM  
CHICKEN EGG SHELL COMPOSITED WITH COLLAGEN AND CHITOSAN AS  
INJECTABLE BONE SUBSTITUTE CANDIDATE*



**AFDALIAH YAHYA  
H012212001**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG  
TELUR AYAM YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN KOLAGEN DAN  
KITOSAN SEBAGAI KANDIDAT *INJECTABLE BONE SUBSTITUTE***

**AFDALIAH YAHYA  
H012212001**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG  
TELUR AYAM YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN KOLAGEN DAN  
KITOSAN SEBAGAI KANDIDAT *INJECTABLE BONE SUBSTITUTE***

Tesis

sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar magister

Program Studi Kimia

Disusun dan diajukan oleh

AFDALIAH YAHYA  
H012212001

kepada

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2024**

**TESIS**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG  
TELUR AYAM YANG DIKOMPOSITKAN DENGAN KOLAGEN DAN  
KITOSAN SEBAGAI KANDIDAT *INJECTABLE BONE SUBSTITUTE***

**AFDALIAH YAHYA  
H012212001**

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Magister pada tanggal 29 bulan Juli  
tahun 2024 dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

pada

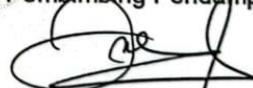
Program Studi Kimia  
Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Hasanuddin  
Makassar  
Mengesahkan,

Pembimbing Utama



Dr. Syahrudin Kasim, M.Si  
NIP. 196907051997031001

Pembimbing Pendamping,



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

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 telur ayam yang dikompositkan dengan kolagen dan kitosan sebagai kandidat *injectable bone substitute* (Dr. Syaharuddin Kasim, M.Si sebagai Pembimbing Utama dan Prof. Dr. Indah Raya, 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 maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka tesis ini. Sebagian dari isi tesis ini telah dipublikasikan di Jurnal (Jurnal teknologi) sebagai artikel dengan judul "Synthesis and characterization of hydroxyapatite/collagen/chitosan composite as a candidate injectable bone substitute". 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 saya berupa tesis ini kepada Universitas Hasanuddin.

Makassar, 29 Juli 2024



Afdaliah Yahya  
NIM. H012212001

## UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah *Subhaanahu wa Ta'ala* atas segala limpahan rahmat dan hidayah-Nya, tak lupa juga kepada junjungan kita Nabi Muhammad Shallallahu 'alaihi wa sallam yang telah menjadi suri tauladan bagi umat manusia sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "**Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Yang Dikompositkan Dengan Kolagen Dan Kitosan Sebagai Kandidat *Injectable Bone Substitute***" dengan baik sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister Sains, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin. Beragam kendala dan tantangan yang dialami penulis, namun berkat do'a, bantuan, motivasi, dan dukungan dari berbagai pihak hingga akhirnya tesis ini dapat diselesaikan.

Penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan yang tulus kepada bapak **Prof. Dr. Syaharuddin Kasim, S.Si, M.Si** dan Ibu **Prof. Dr. Indah Raya, M.Si** selaku pembimbing yang selama ini telah banyak meluangkan waktu, dengan sabar memberikan ilmu, pemikiran, motivasi, serta bimbingan kepada penulis dalam melaksanakan penelitian maupun proses penyelesaian skripsi ini. Tak lupa penulis ucapkan terimakasih kepada bapak **Dr. Sci. Muhammad Zakir, S.Si., M.Si**, bapak **Dr. Abdul Karim, M.Si** dan bapak **Dr. Djabal Nur Basir., S.Si., M.Si** selaku tim penguji yang telah banyak memberikan arahan dan masukan untuk penulis seta berkenan meluangkan waktu dan pikiran dalam membimbing dan memotivasi penulis hingga selesainya penelitian ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada pimpinan Universitas Hasanuddin serta seluruh pimpinan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin yang telah memfasilitasi saya menempuh program magister serta para dosen dan rekan-rekan dalam tim penelitian.

Kepada kedua orang tua tercinta saya Ayahanda yahya dan Ibunda Rusmiati serta ayah dan ibunda mertua H.jajong dan ibunda Hj. Johari yang terima kasih telah percaya atas semua keputusan yang telah penulis ambil untuk melanjutkan mimpinya serta cinta dan dukungan yang tanpa batas. terima kasih kepada suami tercinta Misbahudddin yang selalu menemani dan memberikan dukungan tanpa henti kepada penulis setiap harinya, mendengarkan keluh kesah, meluangkan waktunya serta senantiasa sabar menghadapi penulis. Kepada saudara saya Sukmawati dan suami terima kasih atas segala semangat, dukungan serta selalu meluangkan waktunya untuk menjadi tempat dan pendengar terbaik terhadap penulis. Terima kasih juga kepada hijrah lail, kasmawati, hj. Marlina & suami, Nurhayati & suami, serta H. rapi & istri dan yang lainnya yang tidak dapat Penulis tuliskan satu per satu, terimakasih atas dukungan yang luar biasa selama ini baik secara moril, materil maupun spiritual. Teman-teman seperjuangan Zaskia, Nudia, Intan, Rini dan windasari terima kasih karena senantiasa membantu penulis dalam suka maupun duka selama masa penelitian hingga penyusunan tesis. Tak lupa penulis ucapkan terimakasih kepada seluruh keluarga, teman-teman serta kerabat yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa tesis ini masih jauh dari kata sempurna, baik dari segi materi maupun teknik penulisannya. Oleh karena itu kritik dan saran yang membangun

dari semua pihak sangat diharapkan untuk perbaikannya dimasa yang akan datang. Akhir kata, penulis berharap semoga tesis ini bisa memberikan manfaat untuk kita semua, terutama untuk peneliti-peneliti selanjutnya. Aamiin.

Penulis



*Afdaliah Yahya*

## ABSTRAK

AFDALIAH YAHYA, **Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Yang Dikompositkan Dengan Kolagen Dan Kitosan Sebagai Kandidat *Injectable Bone Substitute*** (dibimbing oleh Syaharuddin Kasim dan Indah Raya)

**Latar belakang.** Salah satu cara yang digunakan untuk mengatasi masalah osteoporosis adalah dengan memberikan mineral tulang pada bagian yang mengalami kerapuhan melalui injeksi suspensi pada bagian yang rapuh yaitu dengan *Injectable Bone Substitute* (IBS). **Tujuan.** Penelitian ini bertujuan mengetahui 1) karakterisasi hidroksiapatit hasil sintesis 2) Menentukan komposisi efektif komposit hidroksiapatit-kolagen-kitosan sebagai kandidat *injectable bone substitute* 3) Mengkarakterisasi hidroksiapatit-kolagen-kitosan sebagai *injectable bone substitute*. **Metode.** Penelitian ini dibagi menjadi tiga tahap, yaitu: 1) Mensintesis hidroksiapatit dari cangkang telur; 2) mensintesis komposit hidroksiapatit-kolagen-kitosan sebagai kandidat *injectable bone substitute*; dan 3) mengkarakterisasi hidroksiapatit-kolagen-kitosan sebagai kandidat *injectable bone substitute*. **Hasil.** Cangkang telur memiliki kandungan CaO 98,94% sehingga berpotensi digunakan sebagai bahan dasar sintesis hidroksiapatit dalam pembuatan komposit *injectable bone substitute*. Senyawa hidroksiapatit berhasil disintesis dengan metode presipitasi basah. Berdasarkan data FTIR diperoleh gugus OH<sup>-</sup> dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> yang mencirikan gugus khas hidroksiapatit. Data XRD diperoleh puncak yang kuat di 2θ pada 31.3221°, 34.6688° dan 32.0400° yang sesuai dengan JCPDS hidroksiapatit standar. Hasil SEM hidroksiapatit menghasilkan morfologi granular dan tidak beraturan dengan ukuran pori 4,73-6,63 μm. Hasil EDS diperoleh rasio Ca/P 1,63 tidak jauh berbeda dengan rasio Ca/P hidroksiapatit stokiometri yaitu 1,67. selanjutnya hidroksiapatit dikompositkan dengan kolagen dan kitosan dengan variasi perbandingan massa (70:10:20), (70:15:15) dan (70:20:10). Komposit hidroksiapatit/kolagen/kitosan yang efektif sebagai IBS yaitu pada komposisi perbandingan massa hidroksiapatit/kolagen/kitosan yaitu 70:10:20. Data FTIR menunjukkan terbentuknya puncak khas dari masing-masing senyawa yaitu hidroksiapatit (OH<sup>-</sup> dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), serta gugus khas dari kitosan dan kolagen yaitu C=O dan NH<sub>2</sub>. Hasil uji viskositas menghasilkan nilai 40 dPa.s dan nilai injektabilitasnya yaitu 98,71% yang memenuhi standar untuk digunakan sebagai *injectable bone substitute*. Selanjutnya IBS hidroksiapatit/kolagen/kitosan berhasil di sintesis di karakterisasi. Data XRD menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk didominasi oleh hidroksiapatit yaitu pada 31.42°, 64.444° dan 32.512°, beberapa puncak hasil XRD mengalami pergeseran pada komposit, dengan nilai 2θ menjadi lebih tinggi dibandingkan hidroksiapatit hasil sintesis. Hal ini dimungkinkan terjadi karena terbentuknya ikatan antara hidroksiapatit, kitosan dan kolagen. Data SEM menghasilkan ukuran pori 1,7-3,49 μm yang cocok untuk orientasi serta arah pada pertumbuhan tulang. **Kesimpulan.** Senyawa hidroksiapatit berhasil disintesis dari cangkang telur ayam dengan metode presipitasi basah dan Komposit hidroksiapatit/kolagen/kitosan berhasil disintesis sebagai kandidat *injectable bone substitute* dengan komposisi massa 70:10:20.

**Kata Kunci:** Cangkang telur, hidroksiapatit, *injectable bone substitute*, komposit hidroksiapatit-kolagen-kitosan



## ABSTRACT

AFDALIAH YAHYA, **Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from Chicken Egg Shell Composite with Collagen and Chitosan as a Candidate for Injectable Bone Substitute** (supervised by Syaharuddin Kasim and Indah Raya)

**Background.** One way to overcome osteoporosis is to provide bone mineral in the fragile part through suspension injection, namely with Injectable Bone Substitute (IBS). **Objective.** This study aims to determine 1) The characterization of hydroxyapatite synthesis results 2) Determine the effective composition of hydroxyapatite-collagen-chitosan composite as an injectable bone substitute candidate 3) Characterize hydroxyapatite-collagen-chitosan as an injectable bone substitute. **Methods.** This research is divided into three stages, namely: 1) Synthesize hydroxyapatite from eggshell; 2) Synthesize hydroxyapatite-collagen-chitosan composite as injectable bone substitute candidate; and 3) Characterize hydroxyapatite-collagen-chitosan as injectable bone substitute candidate. **Results.** Eggshell has 98.94% CaO content, so it can be used as a basic material for hydroxyapatite synthesis to manufacture injectable bone substitute composites. Hydroxyapatite compound was successfully synthesized by the wet precipitation method. Based on FTIR data, OH- and PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> groups that characterize typical hydroxyapatite groups were obtained. XRD data obtained strong peaks at 2θ at 31.3221°, 34.6688° and 32.0400° which are by the JCPDS of standard hydroxyapatite. SEM results of hydroxyapatite produced granular and irregular morphology with a pore size of 4.73-6.63 μm. The EDS results obtained a Ca/P ratio of 1.63 is not much different from the Ca/P ratio of stoichiometric hydroxyapatite which is 1.67. **Furthermore,** hydroxyapatite was composited with collagen and chitosan with variations in mass ratio (70:10:20), (70:15:15) and (70:20:10). The hydroxyapatite/collagen/chitosan composite is effective as IBS is in the composition of hydroxyapatite/collagen/chitosan mass ratio of 70:10:20. FTIR data showed the formation of typical peaks from each compound, namely hydroxyapatite (OH- and PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), as well as typical groups from chitosan and collagen, namely C=O and NH<sub>2</sub>. The viscosity test results produced a value of 40 dPa.s and the injectability value was 98.71% which met the standards for use as injectable bone substitute. Furthermore, the successfully synthesized hydroxyapatite/collagen/chitosan IBS was characterized. XRD data showed that the phase formed was dominated by hydroxyapatite at 31.42°, 64.444° and 32.512°, some XRD peaks shifted in the composite, with the 2θ value being higher than the synthesized hydroxyapatite. This may occur due to the formation of bonds between hydroxyapatite, chitosan, and collagen. SEM data resulted in a pore size of 1.7-3.49 μm which is suitable for orientation and direction in bone growth. **Conclusion.** Hydroxyapatite compound was successfully synthesized from chicken eggshell by wet precipitation method and hydroxyapatite/collagen/chitosan composite was successfully synthesized as a candidate injectable bone substitute with mass composition of 70:10:20.

**Keywords:** *Eggshell, hydroxyapatite, injectable bone substitute, hydroxyapatite-collagen-chitosan composite*

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGANTAR .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TESIS .....	iv
UCAPAN TERIMA KASIH .....	v
ABSTRAK .....	vi
ABSTRACT .....	vii
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR TABEL .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xv
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG.....	xvi
DAFTAR ISTILAH .....	xvii
BAB I PENDAHULUAN UMUM .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT .....	4
2.1 Abstrak .....	4
2.2 Pendahuluan .....	4
2.3 Metode .....	5
2.4 Hasil dan Pembahasan.....	6
2.5 Kesimpulan.....	11
2.6 Daftar Pustaka.....	12
BAB III SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT/KOLAGEN/KITOSAN .....	14
3.1 Abstrak .....	14
3.2 Pendahuluan .....	14
3.3 Metode .....	16
3.4 Hasil dan Pembahasan.....	17
3.5 Kesimpulan.....	26
3.6 Daftar Pustaka.....	26
BAB IV PEMBAHASAN UMUM .....	29
4.1 Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit .....	29
4.2 Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit/Kolagen/Kitosan.....	30
BAB V KESIMPULAN UMUM .....	31
DAFTAR PUSTAKA .....	32
LAMPIRAN .....	34

**DAFTAR TABEL**

<b>Nomor Tabel</b>	<b>Halaman</b>
2.1 Hasil XRF kalsinasi cangkang telur suhu 900°C selama 7 jam .....	7
2.2 Hasil FTIR hidroksiapatit sebelum dan sesudah sintering .....	9
2.3 Puncak sudut $2\theta$ hidroksiapatit hasil sintesis .....	10
3.1 Hasil FTIR Kitosan .....	19
3.2 Hasil FTIR Kolagen .....	20
3.3 Hasil FTIR Komposit IBS hidroksiapatit/kolagen/kitosan .....	22
3.4 Nilai viskositas komposit IBS hidroksiapatit/kolagen/kitosan .....	23

**DAFTAR GAMBAR**

<b>Nomor Gambar</b>	<b>Halaman</b>
2.1 Hasil Sintesis (a) Endapan Hidroksiapatit (b) Serbuk Hidroksiapatit .....	7
2.2 FTIR Hidroksiapatit (a) sebelum sintering (b) setelah sintering .....	8
2.3 Pola difraksi hidroksiapatit cangkang telur .....	9
2.4 Morfologi Hidroksiapatit hasil uji SEM (a) perbesaran 3.000x, dan (b) perbesaran 5.000x.....	10
2.5 Spektrum EDS Hidroksiapatit Hasil sintesis .....	11
3.1 Hasil komposit hidroksiapatit/kolagen/kitosan .....	18
3.2 Spektrum FTIR Kitosan .....	19
3.3 Spektrum FTIR Kolagen .....	20
3.4 Spektrum FTIR IBS komposit hidroksiapatit/kolagen/kitosan .....	21
3.5 Reaksi hipotektik ikatan hidrogen antara hidroksiapatit-kolagen-kitosan .....	22
3.6 Uji injektabilitas komposit IBS .....	24
3.7 Pola difraksi IBS komposit hidroksiapatit/kolagen/kitosan .....	24
3.8 Pebandingan Pola difraksi Hidrosiapatit dan IBS komposit Hidroksiapatit/kolagen/kitosan ...	25
3.9 Morfologi SEM IBS komposit Hidroksiapatit/Kolagen/Kitosan .....	26

**DAFTAR LAMPIRAN**

	<b>Halaman</b>
Lampiran 1. Bagan kerja.....	34
Lampiran 2. Analisis Data .....	38
Lampiran 3. Hasil Analisis.....	39
Lampiran 4. Dokumentasi penelitian.....	62

## DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

Lambang/singkatan	Arti dan penjelasan
HAP	<i>Hidroksiapatit</i>
XRF	<i>X-ray Fluorescence</i>
XRD	<i>X-ray Diffraction</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>
EDS	<i>Energy Dispersive Spectrometer</i>
EDX	<i>Energy Dispersive X-ray</i>
CaO	<i>Kalsium Oksida</i>
CaCO <sub>3</sub>	<i>Kalsium Karbonat</i>
JCPDS	<i>Joint Committee on Powder Diffraction Standards</i>
IBS	<i>Injectable Bone Substitute</i>
HAP	<i>Hidroksiapatit</i>
Hap	<i>Hidroksiapatit</i>
Ca(OH) <sub>2</sub>	<i>Kalsium Hidroksida</i>
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	<i>Diammonium Hydrogen fosfat</i>

**DAFTAR ISTILAH**

Lambang/singkatan	Arti Istilah
Biokompabilitas	<i>Kemampuan biomaterial untuk dapat menyatu dengan tulang</i>
Bioaktif	<i>Terjadi interaksi antara biomaterial dengan tulang</i>
Osteokonduktif	<i>Kemampuan biomaterial untuk merangsang sel-sel osteoblast pada jaringan keras</i>
Biodegradable	<i>Kemampuan biomaterial untuk dapat terurai secara alami</i>

# BAB I

## PENDAHULUAN UMUM

### 1.1 Latar Belakang

Salah satu penyakit yang merupakan masalah besar di seluruh dunia yaitu osteoporosis. Menurut Organisasi Kesehatan Dunia (WHO) penyakit osteoporosis merupakan masalah kesehatan global yang berbahaya selain penyakit stroke, kanker dan penyakit jantung. Meskipun osteoporosis dapat terjadi pada usia berapa pun untuk laki-laki dan perempuan, biasanya penyakit ini lebih sering menyerang wanita daripada pria (Föger-Samwald dkk., 2020). Kelompok wanita lanjut usia paling banyak yang terkena dampak patah tulang akibat osteoporosis dengan lokasi yang berbeda. Hal ini berkaitan dengan defisiensi estrogen pada masa menopause dan penurunan massa tulang karena proses penuaan. Lansia masuk dalam populasi terbanyak penderita osteoporosis dengan pertumbuhan tercepat didunia. Hal tersebut seiring dengan bertambahnya usia yang mengakibatkan massa tulang menurun dan risiko patah tulang akibat osteoporosis semakin meningkat (Rolland dkk., 2021).

Prevalensi osteoporosis terus mengalami peningkatan sekitar, 200 juta wanita di seluruh dunia mengalami osteoporosis, dan risiko penyakit meningkat dengan bertambahnya usia. (Shawashi & Darawad, 2020). Di Indonesia osteoporosis berada dalam tingkat yang patut diwaspadai dengan angka prevelensi mencapai 19,7% dari populasi. Prevalensi osteoporosis di Indonesia untuk umur kurang dari 70 tahun pada wanita sebanyak 18-30%. Prevalensi wanita yang menderita osteoporosis di Indonesia pada golongan umur 50-59 tahun yaitu 24% sedang pada pria usia 60-70 tahun sebesar 62% (Sani dkk., 2020).

Osteoporosis merupakan kelainan pada tulang yang ditandai dengan penurunan massa tulang dan kemerosotan mikro-arsitektur yang menyebabkan tulang menjadi rapuh dan mudah patah. Osteoporosis dapat meningkatkan risiko seseorang patah tulang karena kepadatan mineral tulang yang rendah, mikroarsitektur tulang yang rusak atau mineralisasi, dan penurunan kekuatan tulang (Tu dkk., 2018). Osteoporosis masuk kedalam contoh klasik dari penyakit multifaktorial dengan interaksi yang kompleks antara genetik, instrinsik, eksogen, dan faktor gaya kehidupan yang berkontribusi pada individu dengan risiko penyakit (Föger-Samwald dkk., 2020). Diperkirakan secara kasar bahwa 70% kasus osteoporosis mungkin disebabkan oleh kecenderungan genetik, dengan 30% sisanya dipicu oleh pengaruh lingkungan (Kucharska, 2017). Osteoporosis dapat terjadi karena kegagalan dalam mencapai puncak massa tulang, resorpsi tulang berlebih, dan penurunan pembentukan tulang selama renovasi. Semua proses ini kemungkinan besar akan terjadi pada osteoporosis (Sandhu & Hampson, 2011). Oleh karena itu diperlukan alternative untuk mengatasi masalah tersebut.

*Injectable Bone Substitute* (IBS) merupakan pilihan yang menarik untuk pengobatan regeneratif tulang karena dapat digunakan untuk mengisi cacat tulang yang kompleks secara optimal melalui tindakan operasi kecil (minimal invasif) (Moussi dkk., 2022). Pengganti tulang yang dapat disuntikkan (*Injectable Bone Substitute*) telah menarik banyak perhatian karena kemampuannya ketika disuntikkan mampu menjangkau daerah cacat tulang yang lebih dalam dan mampu menyesuaikan bentuk cacat dengan baik yang dapat disesuaikan dan potensial digunakan pada aplikasi klinis (Schröter dkk.,



2020). Salah satu bahan yang memiliki kemiripan dengan penyusun tulang adalah hidroksiapatit.

Namun hidroksiapatit memiliki beberapa kekurangan yaitu rapuh, dan memiliki laju resorpsi yang sangat lambat. Jika digunakan sendiri, hidroksiapatit tidak memiliki kekuatan mekanik dan tidak tahan terhadap tekanan serta tidak stabil ketika berada di dalam cairan tubuh. Oleh karena itu, dibutuhkan bahan lain untuk mengatasi kekurangan itu. Hidroksiapatit dapat dibentuk menjadi komposit dengan polimer. Polimer yang dapat digunakan yaitu kitosan karena dapat didegradasi oleh enzim (Han dkk., 2010).

Kitosan (poly-D-glucosamine) adalah turunan kitin, yang diperoleh dengan deasetilasi kitin, diekstraksi dari sumber alami, seperti cangkang krustasea, exoskeleton serangga, dan jamur. Kitosan adalah bahan yang cukup menjanjikan dalam pembuatan scaffold, terutama tulang, karena memiliki sifat antibakteri, toksisitas rendah, biodegradabilitas, biokompatibilitas dengan jaringan manusia, dan kemampuan untuk memfasilitasi proses regenerative dalam penyembuhan luka. Selain itu, kitosan juga memiliki permukaan hidrofilik yang mendukung perlekatan dan proliferasi sel (Levengood & Zhang, 2014). Namun, penambahan kitosan dapat menyebabkan kekuatan ikatan berkurang sehingga kolagen dapat digunakan untuk mengikat hidroksiapatit, mengontrol struktur, dan fungsi jaringan yang direkayasa.

Kolagen adalah polimer organik yang sangat liat serta menyusun struktur jaringan ikat tulang. Selain itu 90-92% dari 30% molekul organik penyusun tulang berupa kolagen. Kolagen juga memiliki sifat yang mampu beradaptasi sangat baik dengan tubuh (Park, 2008). Selain itu penelitian yang mengkompositkan hidroksiapatit/kitosan/kolagen sebagai IBS belum banyak dilakukan.

Pada penelitian yang dilakukan oleh Rasmiyanti dkk., (2022) hidroksiapatit dikompositkan dengan kitosan dan alginat yang dimodifikasi sebagai IBS. Kemudian (Firnanely, 2016) juga telah mensintesis Komposit Hidroksiapatit-Kitosan-Pva sebagai IBS untuk aplikasi defek tulang akibat osteoporosis

Berdasarkan uraian diatas maka dilakukan penelitian yang berjudul “**Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapati-Kitosan-Kolagen Sebagai Injectable Bone Substitute Dari Cangkang Telur**”. Pada penelitian ini dilakukan sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur dengan metode presipitasi basah kemudian dikompositkan dengan kitosan dan kolagen.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan informasi dari latar belakang, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakterisasi hidroksiapatit yang disintesis dari cangkang telur?
2. Bagaimana komposisi komposit hidroksiapati-kolagen-kitosan yang efektif sebagai kandidat *injectable bone substitute*?
3. Bagaimana karakteristik komposit hidroksiapati-kolagen-kitosan sebagai *injectable bone substitute* yang diperoleh?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan dan identifikasi masalah, maka tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengkarakterisasi hidroksiapatit yang diperoleh dari hasil sintesis
2. Menentukan komposisi efektif komposit hidroksiapatit-kolagen-kitosan sebagai kandidat *injectable bone substitute*
3. Mengkarakterisasi hidroksiapatit-kolagen-kitosan sebagai *injectable bone substitute*.

### 1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian diharapkan dapat memberikan informasi mengenai potensi cangkang telur sebagai sumber kalsium dalam sintesis hidroksiapatit dan komposit hidroksiapatit-kolagen-kitosan yang dapat dimanfaatkan sebagai *injectable bone substitute* serta juga diharapkan dapat menjadi bahan rujukan atau bahan referensi untuk penelitian selanjutnya.

## BAB II SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG TELUR AYAM

### 2.1 Abstrak

Afdaliah Yahya. **Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam** (dibimbing oleh Syahrudin Kasim dan Indah Raya).

**Latar belakang.** Hidroksiapatit merupakan salah satu jenis biokeramik yang memiliki sifat, bioafinitas, biokompabilitas dan oseotokonduktivitas yang baik untuk pelapisan implan logam ortopedik atau material pengganti jaringan tulang. **Tujuan.** Mensintesis dan mengkarakterisasi hidroksiapatit dari cangkang telur ayam **Metode.** Penelitian ini dibagi menjadi dua tahap, yaitu: 1) kalsinasi cangkang telur; dan 2) sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi basah. **Hasil.** Hasil XRF cangkang telur setelah kalsinasi yaitu memiliki kandungan CaO sebesar 98,94 %. Berdasarkan data FTIR setelah sintesis diperoleh gugus OH<sup>-</sup> pada bilangan gelombang 3570.72, 3448.72 cm<sup>-1</sup> dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> pada bilangan gelombang 873.75, 341.4, 1091.71, 1042.28, 603.72, 569 cm<sup>-1</sup> yang mencirikan gugus khas hidroksiapatit. Data XRD diperoleh puncak yang kuat di 2θ pada 31.3221°, 34.6688° dan 32.0400° yang sesuai dengan JCPDS hidroksiapatit standar. Hasil SEM hidroksiapatit menghasilkan morfologi granular dan tidak beraturan dengan ukuran pori 4,73-6,63 μm. Hasil EDS diperoleh rasio Ca/P 1,63 tidak jauh berbeda dengan rasio Ca/P hidroksiapatit stokiometri yaitu 1,67. **Kesimpulan.** Senyawa hidroksiapatit berhasil disintesis dari cangkang telur ayam dengan metode presipitasi basah

### 2.2 Pendahuluan

Hidroksiapatit merupakan salah satu jenis biokeramik yang memiliki sifat, bioafinitas, biokompabilitas dan oseotokonduktivitas yang baik untuk pelapisan implan logam ortopedik atau material pengganti jaringan tulang (Muharni dkk., 2019). Hidroksiapatit (HA) dinyatakan secara kimiawi sebagai Ca<sub>5</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH), biasanya dinyatakan sebagai Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub> yang berarti dua molekul yang membentuk sel satuan kristal. Hidroksiapatit memiliki gugus hidroksil dan merupakan kelompok apatit kompleks Ion OH<sup>-</sup> yang dapat digantikan oleh karbonat, klorida atau fluorida yang membentuk fluorapatit atau klorapatit. Bubuk hidroksiapatit yang murni adalah biasanya berwarna putih. Namun, apatit alami mungkin lebih gelap, hijau, atau warna kuning, sebanding dengan noda fluorosis gigi (Webmineral, 2019). Bentuk hidroksiapatit yang paling umum adalah heksagonal dan bersifat biokompatibel (Roopalakshmi dkk., 2017).

Hidroksiapatit stokiometri merupakan senyawa kalsium posfat dengan rasio Ca/P adalah 10:6 biasanya dinyatakan sebagai 1,67, sedangkan hidroksiapatit non-stoikiometri berkisar antara 1,5 dan 1,9 dan hidroksiapatit yang kekurangan kalsium, Ca<sub>10x</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6x</sub>(HPO<sub>4</sub>)<sub>x</sub>(OH)<sub>2x</sub> (di mana x berada di antara 0 dan 1) di bawah ini 1,67 (Ofudje, et al., 2017). Rasio molar dari Ca/P juga berpengaruh kepada kekuatan dari hidroksiapatit yang disintesis. Semakin besar rasio molar Ca/P maka kekuatan makin meningkat dan mencapai nilai maksimum disekitar rasio Ca/P ~1,67 (Hidroksiapatit stoikiometrik) (Kusrini & Sontang, 2012)

Hidroksiapatit dapat disintesis dengan berbagai metode, diantaranya adalah metode basah (melalui presipitasi) (Banerjee dkk, 2018), metode sol-gel (Phatai dkk., 2019), hidrotermal (Chen dkk., 2020), metode ultrasound-microwave (U-M) (Putro, et al., 2014) dan metode sonokimia (Utara & Klinkaewna 4 2015). Metode presipitasi merupakan metode yang sering digunakan dalam sintesis hidroksiapatit karena mudah mengontrol komposisi bahan, murah, mudah penggunaannya, dan menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi (Banerjee dkk., 2018).

Pada penelitian ini digunakan bahan alami cangkang telur ayam ras (*Gallus gallus*) sebagai sumber kalsium. Hal ini dikarenakan potensi limbah cangkang telur sangat besar. Berdasarkan data Badan Pusat Statistika (BPS) Indonesia pada tahun 2019 (Candraningtyas dkk., 2021). Terjadi peningkatan konsumsi telur di tahun 2019 dibanding tahun 2017, semula 4,81 juta ton menjadi 5,59 juta ton. Berarti terjadi peningkatan sebesar 16,10 persen. Sedangkan konsumsi per kapita meningkat dari 18,44 per kapita menjadi 20,94 per kapita. Tingginya angka konsumsi ini dapat meningkatkan limbah cangkang telur ayam. Penggunaan cangkang telur sebagai prekursor kalsium dalam sintesis hidroksiapatit akan meningkatkan pemanfaatan limbah cangkang telur.

Cangkang telur ayam merupakan bagian terluar dari telur ayam yang mempunyai fungsi untuk melindungi komponen-komponen isi telur dari segala kerusakan, baik kerusakan fisik, kimia serta mikrobiologis. Kulit atau cangkang telur ayam sebagian besar tersusun oleh zat kapur yaitu kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Cangkang telur ayam ini secara umum memiliki kandungan kalsium sebesar 87,8% dan kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) sekitar 97%, magnesium karbonat ( $\text{MgCO}_3$ ) sebanyak 1% dan bahan organik sebanyak 2%(Sari dkk., 2021).

## **2.3 Metode Penelitian**

### **2.3.1 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah cangkang telur ayam ras,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ , aluminium foil, dan kertas saring Whatman nomor 42.

### **2.3.2 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, neraca analitik Ohaus, cawan petri, cawan porselen, labu buchner, corong buchner, pompa vakum Sargent-Welch Co. model 1400, magnetic stirrer, magnet bar, hotplate Idealife, furnace 6000-Barnstead Thermolyse, desikator, termometer, oven Spnisosfd, stopwatch, viscometer, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), *X-Ray Diffraction* (XRD), *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

### **2.3.3 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan November 2023 sampai januari 2024. Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Anorganik Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin Makassar. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin Makassar, analisis XRF dan XRD dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Sains Universitas Hasanuddin. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

dilakukan di laboratorium Mikrostruktur Fakultas Teknik Kimia Universitas Muslim Indonesia.

### **2.3.4 Prosedur Penelitian**

#### **2.3.4.1 Prosedur kalsinasi cangkang telur ayam ras**

Limbah cangkang telur dibersihkan dengan akuades kemudian dicacah dan dikeringkan pada temperatur ruang. Selanjutnya, kalsinasi dilakukan terhadap sampel tersebut pada temperatur 900°C selama 7 jam. Setelah itu, presentase kalsiumnya diuji dengan menggunakan XRF (Raya dkk., 2015).

#### **2.3.4.2 Prosedur sintesis dengan metode presipitasi**

Kalsium oksida (CaO) hasil kalsinasi kemudian disuspensikan ke dalam 100 mL akuades dengan konsentrasi Ca sebesar 1 M. Setelah itu, larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 0,6 M sebanyak 100 mL dimasukkan setetes demi setetes ke dalam suspensi CaO pada temperatur 40°C sambil larutan diaduk dengan magnetic stirrer selama 5 jam dan dibiarkan selama 24 jam pada temperatur ruang. Kemudian, presipitat yang terbentuk disaring dengan kertas saring whatman 42 dan dikeringkan pada temperatur 110°C selama 5 jam (Raya dkk., 2015). Selanjutnya, sintering dilakukan terhadap presipitat kering untuk memperoleh senyawa Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub> pada 800°C selama 2 jam. Setelah itu, karakterisasi dilakukan terhadap senyawa Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub> yang dihasilkan dengan menggunakan FTIR, difraktometer sinar-X dan SEM (Ma'rifatullah, 2014).

## **2.4 Hasil Dan Pembahasan**

### **2.4.1 Kalsinasi Cangkang Telur Ayam**

Cangkang telur ayam pada penelitian ini digunakan sebagai sumber kalsium untuk menghasilkan hidroksiapatit yang dihasilkan melalui proses kalsinasi. Proses kalsinasi cangkang telur diawali dengan mencuci cangkang untuk menghilangkan kotoran, bau, lendir dan membrannya. Membran cangkang telur ayam mengandung senyawa organik sehingga harus diminimalkan agar tidak mengganggu proses sintesis hidroksiapatit. Selanjutnya, dikeringkan untuk mengurangi kadar air dan dikalsinasi pada temperatur 900°C selama 7 jam. Reaksi kalsinasi dapat terjadi apabila senyawa yang mengandung kalsium dipanaskan pada suhu diatas titik leburnya (titik lebur Ca = 825°C). Cangkang telur yang dikalsinasi pada suhu 900°C menyebabkan senyawa kalsium karbonat terdekomposisi menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida. Hal ini dilakukan untuk meminimalkan kadar karbonat dalam cangkang telur, karena keberadaan karbonat dapat mengganggu proses pembentukan kristal hidroksiapatit (Dahlan K dkk., 2009). Reaksi kimia dapat dilihat pada persamaan (Agbabiaka dkk, 2020).



Setelah proses kalsinasi dilakukan analisis XRF untuk mengetahui komposisi CaO yang terbentuk setelah proses kalsinasi. Dari hasil analisis XRF (Tabel 2.1), diperoleh kandungan CaO pada pemanasan 900°C selama 7 jam adalah 98,94%. Tingginya kandungan CaO yang diperoleh menunjukkan bahwa kalsium karbonat terdekomposisi sempurna menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida serta menghilangkan senyawa

organik lainnya. Hal ini menjadikan CaO hasil kalsinasi dari cangkang telur sangat berpotensi digunakan sebagai precursor kalsium dalam sintesis hidroksiapatit.

**Tabel 2.1** Hasil XRF kalsinasi cangkang telur suhu 900°C selama 7 jam

Parameter	Hasil (m/m%)
CaO	98,94
SiO <sub>2</sub>	0,52
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,4570

#### 2.4.2 Sintesis Hidroksiapatit

Proses sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi menggunakan CaO (prekursor kalsium) dari hasil kalsinasi cangkang telur yang disuspensikan ke dalam akuades sehingga terbentuk kalsium hidroksida (Ca(OH)<sub>2</sub>) (persamaan 2). Selanjutnya direaksikan dengan prekursor posfat (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> dengan cara larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> diteteskan tetes demi tetes kedalam suspensi (Ca(OH)<sub>2</sub>) sambil terus diaduk pada suhu 40°C selama 5 jam (Raya dkk., 2015), selanjutnya sampel didiamkan selama 24 jam, sehingga terbentuk endapan sesuai dengan **Gambar 2.1a**. Endapan yang diperoleh selanjutnya di oven dengan suhu 110°C selama 5 jam untuk menghilangkan kadar air pada endapan (Sirait et al., 2020). Kemudian sampel disintering pada temperatur 800°C selama 2 jam sehingga diperoleh serbuk hidroksiapatit (persamaan 3) **Gambar 2.1b**. Suhu sintering sangat mempengaruhi karakterisasi hidroksiapatit yang diperoleh, menurut (ma'rifatul, 2016) suhu optimum pembentukan hidroksiapatit yaitu 800°C Karakterisasi hidroksiapatit dilakukan menggunakan beberapa instrumen yaitu instrumen X-Ray Diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR).



(a)

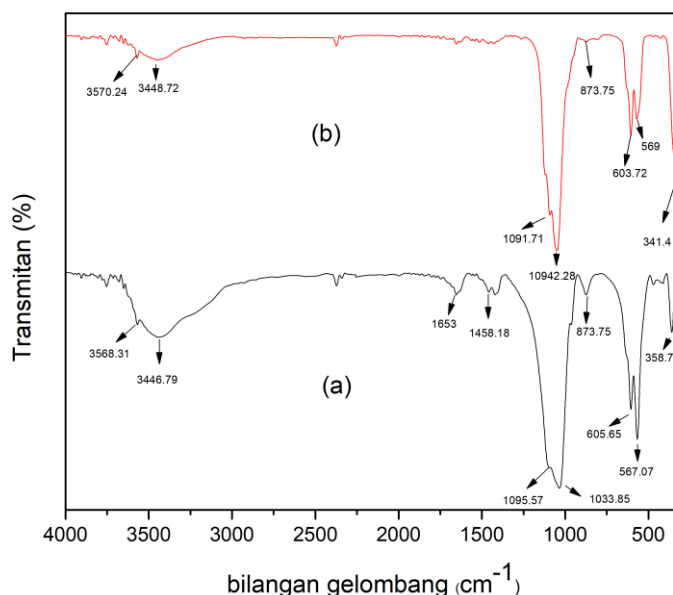
(b)

**Gambar 2.1** Hasil sintesis (a) endapan hidroksiapatit (b) serbuk hidroksiapatit

### 2.4.2.1 Karakterisasi Hidroksiapatit dengan Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis spektrum FTIR pada hidroksiapatit dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis. Hasil spektrum FTIR Hidroksiapatit sebelum dan sesudah sintering ditunjukkan pada **Gambar 2.2**. Hasil FTIR mengindikasikan telah terbentuk fasa hidroksiapatit dengan cukup baik setelah sintering ditandai dengan adanya pegeseran spektrum dari sebelum dan sesudah sintering. Pengelompokan gugus fungsi hasil FTIR yang terbentuk dapat dilihat pada **Tabel 2.2**, yang menunjukkan bahwa sebelum sintering terdapat gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) dan setelah proses sintering menyebabkan lepasnya gugus tersebut, selain itu terjadi pegeseran spektrum pada gugus hidroksil dan gugus fosfat, hal ini menunjukkan terjadi ikatan antara kalsium, hidroksil dan fosfat.

Hasil FTIR hidroksiapatit setelah sintering yang diperoleh tidak jauh berbeda dari hasil penelitian (Raya dkk., 2015) yang juga mensintesis hidroksiapatit yaitu terbentuknya gugus  $\text{OH}^-$  bebas pada bilangan gelombang  $3570.24 \text{ cm}^{-1}$ , kemudian  $\text{OH}^-$  terikat pada bilangan gelombang  $3427.51 \text{ cm}^{-1}$ , dan gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  pada bilangan gelombang  $873.75 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_1$ ),  $341.4 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_2$ ),  $1091.71 \text{ cm}^{-1}$ ;  $1042.28 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_3$ ), dan  $603.72 \text{ cm}^{-1}$ ;  $569 \text{ cm}^{-1}$  ( $\nu_4$ ). Selain itu sintesis hidroksiapatit juga dilakukan oleh (Sirait dkk., 2020) yang melaporkan bahwa karakteristik serbuk hidroksiapatit yang diperoleh terdapat Gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) pada bilangan gelombang  $532.76$ ;  $580.32$ ;  $893.35$ ;  $998.67$ ;  $1067.98$ ;  $1131.96 \text{ cm}^{-1}$  serta Gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) ditunjukkan dengan munculnya bilangan gelombang puncak serapan sekitar  $3412,48 \text{ cm}^{-1}$ . Selain itu penelitian yang dilakukan oleh (Khalid dkk., 2022) yang menunjukkan terbentuknya gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  pada bilangan gelombang  $568$ ,  $604$  dan  $1038 \text{ cm}^{-1}$  serta gugus  $\text{OH}^-$  pada bilangan gelombang  $3425$



**Gambar 2.2.** FTIR hidroksiapatit (a) sebelum sintering (b) setelah sintering

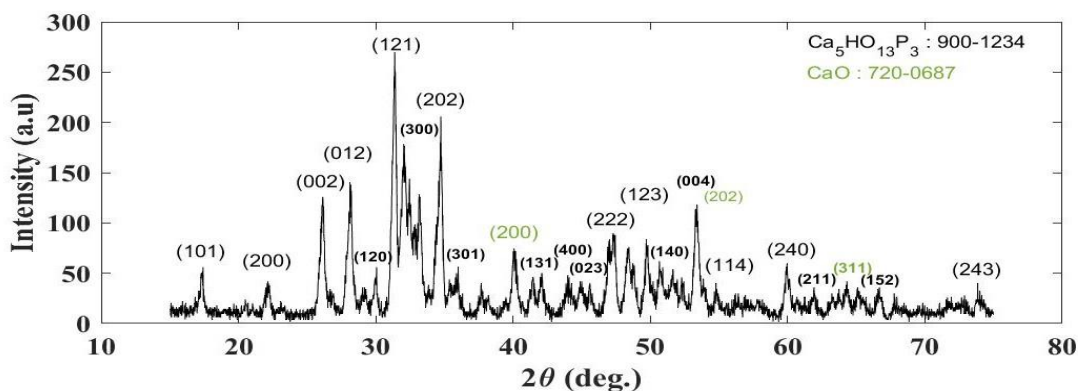
**Tabel 2.2.** Hasil FTIR hidroksiapatit sebelum dan sesudah sintering

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Sebelum sintering	Setelah sintering
OH <sup>-</sup>	3568.31	3570.72
	3446.79	3448.72
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	$\nu_1$	873.75
	$\nu_2$	358.76
	$\nu_3$	1095.57
		1033.85
$\nu_4$	605.65	
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	567.07	569
	1458	-

#### 2.4.2.2 Karakterisasi Hidroksiapatit dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis hasil pengujian XRD adalah dengan membandingkan intensitas dari puncak-puncak pada difraktogram terukur dengan database. Senyawa Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub> hasil sintesis dicocokkan dengan data JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) JCPDS. Pola difraksi yang diperoleh ditunjukkan pada **Gambar 2.3**.

Dari difraktogram XRD hidroksiapatit hasil sintesis dengan metode pengendapan basa pada penelitian ini, diketahui fasa kristalin hidroksiapatit dicirikan memiliki karakteristik puncak yang kuat di 2 $\theta$  pada 31.3221°, 34.6688°, 32.0400° dan 25.5800° dengan struktur kristal adalah struktur hexagonal dapat dilihat pada Gambar 6. Hasil analisa grafik kualitatif yang didapatkan dari karakterisasi XRD hidroksiapatit hasil sintesis menunjukkan puncak utama yang identik dengan puncak utama yang dimiliki hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 09-432) dan memiliki kemurnian 98%. Hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 09-432) memiliki puncak utama dengan intensitas tinggi pada nilai 2 $\theta$  yaitu 25.897°; 31.738°; 32.853° dan 34,048°. Adapun puncak sudut 2 $\theta$  tertinggi senyawa hidroksiapatit yang dihasilkan dapat dilihat pada **Tabel 2.3**.

**Gambar 2.3.** Pola difraksi hidroksiapatit cangkang telur

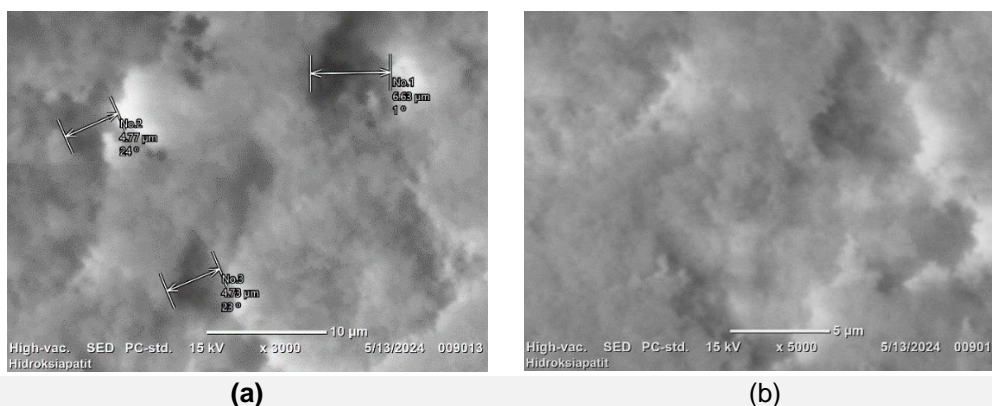


**Tabel 2.3.** Puncak sudut 2 $\theta$  hidroksiapatit hasil sintesis

	Bidang Kristal (hkl)				
	002	121	300	202	004
<b>Hidroksiapatit sintesis</b>	26.0833	31.3221	32.0400	34.6688	53.3225

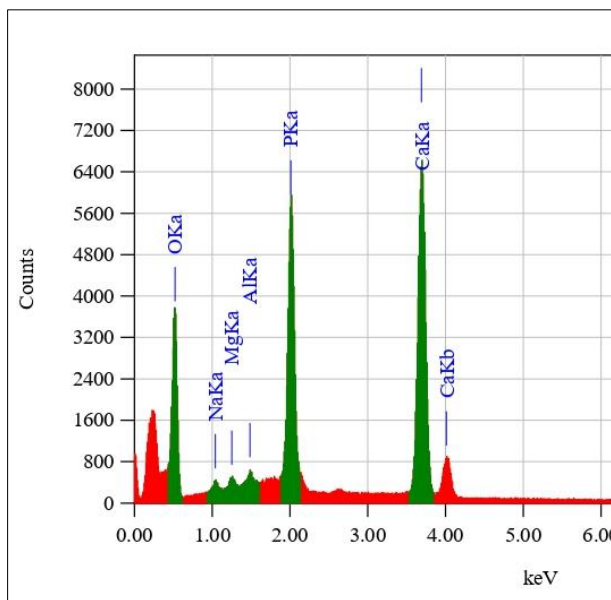
### 2.4.2.3 Analisis morfologi hidroksiapatit dengan SEM

Analisis hidroksiapatit menggunakan SEM bertujuan untuk mengamati morfologi permukaannya. Spektroskopi Electron Microscopy (SEM) dapat mengidentifikasi dari ukuran, bentuk struktur dan morfologi dari hidroksiapatit yang terbentuk dilihat pada **Gambar 2.4.**



**Gambar 2.4.** Morfologi hidroksiapatit hasil uji SEM (a) perbesaran 3.000x, dan (b) perbesaran 5.000x

Hasil pada **Gambar 7** menunjukkan adanya butiran halus dengan bentuk tidak seragam dan terkumpul dalam aglomerat-aglomerat. Partikel-partikel hidroksiapatit yang diperoleh cenderung membentuk aglomerasi sehingga menyulitkan untuk benar-benar mengetahui morfologi dari partikel hidroksiapatit yang terbentuk. Sampel hidroksiapatit yang diperoleh memiliki morfologi granular dan tidak beraturan dengan ukuran pori 4,77  $\mu\text{m}$ , 6,63  $\mu\text{m}$  dan 4,73  $\mu\text{m}$  sehingga menghasilkan rata-rata pori 5,38 $\mu\text{m}$ . Selain dilakukan analisis dengan SEM dilakukan juga analisis dengan Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (EDS). EDS merupakan salah satu alat yang dirangkai pada alat SEM. Hasil analisis EDS Pada **Gambar 2.5**, memperlihatkan komposisi hasil sintesis yang didominasi oleh oksigen (O) 23,41%, fosfor (P) 28,12 % dan kalsium (Ca) 45,87 %. Dari hasil tersebut diperoleh rasio Ca/P yaitu 1,63. Jika dibandingkan dengan rasio Ca/P hidroksiapatit standar yaitu 1,67, hasil rasio Ca/P hasil sintesis lebih kecil dan hanya berbeda 0,04.



**Gambar 2.5.** Spektrum EDS hidroksiapatit hasil sintesis

Rasio Ca/P yang dihasilkan kurang dari rasio molar hidroksiapatit standar, hal ini disebabkan karena terjadinya ketidakstabilan antara unsur Ca dan P saat peningkatan suhu kalsinasi. Rasio molar 1,63 tidak termasuk ke dalam rasio Ca/P yang berbahaya. Rasio molar Ca/P yang beracun untuk jaringan keras dan kaku pada tubuh manusia nilainya mendekati 0,3 sedangkan nilai rasio yang beracun untuk jaringan lunak pada tubuh manusia yang mendekati 0,5 (Liu et al., 2008). Nilai Ca/P yang beracun diakibatkan oleh kelebihan fosfat yang tersisa sehingga terjadinya metabolisme tulang menjadi abnormal yang ditandai dengan resorpsi tulang yang berlebihan relatif terhadap kecepatan pembentukan tulang (Komaba & Fukagawa, 2016).

Senyawa kalsium fosfat yang memiliki nilai rasio Ca/P 1,5 diamati sedikit mengalami pembentukan hidroksiapatit. Sedangkan senyawa kalsium fosfat yang memiliki nilai rasio Ca/P lebih dari 2 menunjukkan adanya fasa sekunder berupa CaO yang mengakibatkan penurunan terhadap kelangsungan pembentukan sel tulang pada osteoblas. Nilai rasio Ca/P 1,6 memungkinkan yang terbentuk hanya fasa hidroksiapatit (Pinangsih dkk., 2014). Penggunaan hidroksiapatit dengan nilai rasio molar Ca/P 1,0-1,7 termasuk nilai rasio yang tidak beracun dan juga tidak menyebabkan reaksi terhadap benda asing. Sifat penyembuhan dengan bahan hidroksiapatit dapat meniru penyembuhan patah tulang (Kattimani dkk., 2016). Nilai rasio Ca/P berbanding terbalik dengan degradasinya. Semakin tinggi rasio Ca/P maka semakin rendah degradasi

## 2.5 Kesimpulan

Senyawa hidroksiapatit berhasil disintesis dari cangkang telur dengan metode presipitasi basah. Berdasarkan data FTIR diperoleh gugus OH<sup>-</sup> pada bilangan gelombang 3570.72, 3448.72 cm<sup>-1</sup> dan PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> pada bilangan gelombang 873.75, 341.4, 1091.71, 1042.28, 603.72, 569 cm<sup>-1</sup> yang mencirikan gugus khas hidroksiapatit. Data XRD diperoleh puncak yang kuat di 2θ pada 31.3221°, 34.6688° dan 32.0400° yang

sesuai dengan JCPDS hidroksiapatit standar. Hasil SEM hidroksiapatit menghasilkan morfologi granular dan tidak beraturan dengan ukuran pori 4,73-6,63  $\mu\text{m}$ . Hasil EDS diperoleh rasio Ca/P 1,63 tidak jauh berbeda dengan rasio Ca/P hidroksiapatit stokiometri yaitu 1,67.

## 2.6 Daftar Pustaka

- Agbabiaka, O. G., Oladele, I. O., Akinwekomi, A. D., Adediran, A. A., Balogun, A. O., Olasunkanm, O. G., & Olayanju, T. M. A. (2020). Effect of calcination temperature on hydroxyapatite developed from waste poultry eggshell. *Scientific African*, *8*, e00452. <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2020.e00452>
- Banerjee, S., Bagchi, B., Bhandary, S., Kool, A., Amin Hoque, N., Thakur, P., & Das, S. (2018). A facile vacuum assisted synthesis of nanoparticle impregnated hydroxyapatite composites having excellent antimicrobial properties and biocompatibility. *Ceramics International*, *44*(1): 1066–1077. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.10.051>
- Candraningtyas, P., Fadhlullah., Basuki, R., Fauzan, I. F., Suhesti, N.T., 2021. *Komsumsi bahan pokok 2019*. Badan pusat statistik, Jakarta
- Chen, J., Liu, J., Deng, H., Yao, S., & Wang, Y. (2020). Regulatory synthesis and characterization of hydroxyapatite nanocrystals by a microwave-assisted hydrothermal method. *Ceramics International*, *46*(2): 2185–2193. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.09.203>
- Kattimani, V. S., Kondaka, S., & Lingamaneni, K. P. (2016). Hydroxyapatite—Past, Present, and Future in Bone Regeneration. *Bone and Tissue Regeneration Insights*, *7*, BTRI.S36138. <https://doi.org/10.4137/btri.s36138>
- Khalid, M., Jikan, S. S. B., Adzila, S., Murni, Z., Badarulzaman, N. A., Rosley, R., & Hameed, M. U. (2022). Synthesis and characterizations of hydroxyapatite using precursor extracted from chicken egg shell waste. *Biointerface Research in Applied Chemistry*, *12*(4), 5663–5671.
- Komaba, H., & Fukagawa, M. (2016). Phosphate—a poison for humans? *Kidney International*, *90*(4), 753–763. <https://doi.org/10.1016/j.kint.2016.03.039>
- Kusrini, E., & Sontang, M. (2012). Characterization of x-ray diffraction and electron spin resonance: Effects of sintering time and temperature on bovine hydroxyapatite. *Radiation Physics and Chemistry*, *81*(2): 118–125. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2011.10.006>
- Liu, H., Yazici, H., Ergun, C., Webster, T. J., & Bermek, H. (2008). An in vitro evaluation of the Ca/P ratio for the cytocompatibility of nano-to-micron particulate calcium phosphates for bone regeneration. *Acta Biomaterialia*, *4*(5): 1472–1479. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2008.02.025>
- Ma'rifatullah, F.R., 2014. *Sintesis Nano Kristal Hidroksiapatit (Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) Dari Limbah Cangkang Telur Ayam Dengan Metode Presipitasi Dan Potensinya Pada Upaya Fortifikasi Susu Kedelai*. Tesis. Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Muharni, R., Gunawarman, & Yetri, Y. (2019). Corrosion behavior of Ti6Al4V ELI coated by bioceramic HA in artificial saliva at fluctuating temperatures. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *602*(1). <https://doi.org/10.1088/1757->

899X/602/1/012090

- Ofudje, E. A., Rajendran, A., Adeogun, A. I., Idowu, M. A., Kareem, S. O., & Pattanayak, D. K. (2017). Synthesis of organic derived hydroxyapatite scaffold from pig bone. *Advanced Powder Technology*, 8.
- Phatai, P., Futralan, C. M., Kamonwannasit, S., & Khemthong, P. (2019). Structural characterization and antibacterial activity of hydroxyapatite synthesized via sol-gel method using glutinous rice as a template. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 89(3): 764–775. <https://doi.org/10.1007/s10971-018-4910-9>
- Pinangsih, A. C., Wardhani, S., & Darjito. (2014). Tpatite synthesis. Characterization of the study aimed to synthesize hydroxyapatite bioceramics from wa. *Kimia Student Journal*, 1(2), 203–209.
- Putro, J. N., Handoyo, N., Kristiani, V., Soenjaya, S. A., Ki, O. L., Soetaredjo, F. E., . . . Ismadji, S. (2014). Pomacea sp shell to hydroxyapatite using the ultrasound-microwave. *Ceramics International*, 14.
- Raya, I., Mayasari, E., Yahya, A., Syahrul, M., & Latunra, A. I. (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*, 2015. <https://doi.org/10.1155/2015/469176>
- Roopalakshmi, S., Ravishankar, R., Belaldavar, S., Prasad, R. G. S. V., & Phani, A. R. (2017). Investigation of Structural and Morphological Characteristic of Hydroxyapatite Synthesized by Sol-Gel Process. *Materials Today: Proceedings*, 4(11): 12026–12031. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.09.126>
- Sirait, M., Sinulingga, K., Siregar, N., & Siregar, R. S. D. (2020). Synthesis of hydroxyapatite from limestone by using precipitation method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1462(1), 0–8. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1462/1/012058>