

**PENGARUH SUHU HIDROTERMAL DALAM SINTESIS
DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DENGAN
MEMANFAATKAN POTENSI UDANG *PAPAI* (*Acetes
erythraeus*) SEBAGAI SUMBER KALSIMUM**

SKRIPSI

AUTAR MUBARRAK ELHADAD



F1C117034

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS JAMBI**

2021

SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar karya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang telah lazim.

Tanda tangan yang tertera dalam halaman pengesahan adalah asli. Jika tidak asli, saya siap menerima sanksi sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Jambi, Juli 2021

Yang menyatakan



Autar Mubarrak Elhadad

F1C117034

**PENGARUH SUHU HIDROTHERMAL DALAM SINTESIS
DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DENGAN
MEMANFAATKAN POTENSI UDANG *PAPAI* (*Acetes
erythraeus*) SEBAGAI SUMBER KALSIMUM**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Sarjana pada Program Studi Kimia



AUTAR MUBARRAK ELHADAD

F1C117034

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS JAMBI

2021

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi dengan Judul **PENGARUH SUHU HIDROTHERMAL DALAM SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DENGAN MEMANFAATKAN POTENSI UDANG PAPAI (*Acetes erythraeus*) SEBAGAI SUMBER KALSIUM** yang disusun oleh **AUTAR MUBARRAK ELHADAD, NIM: F1C117034** telah dipertahankan di depan tim penguji pada tanggal 8 Juli 2021 dan dinyatakan lulus.

Susunan Tim Penguji :

Ketua : Heriyanti, ST., M.Sc., M.Eng.
Sekretaris : Rahmi, S.Pd., M.Si.
Anggota : 1. Dr. Drs. Ngatijo, M.Si.
2. Edwin Permana, ST., MT.
3. Nindita Clourisa Amaris Susanto, S.Si., M.Sc.

Disetujui :

Pembimbing Utama



Heriyanti, ST., M.Sc., M.Eng
NIP. 198405022014042001

Pembimbing Pendamping



Rahmi, S.Pd., M.Si.
NIP. 199001232019032014

Diketahui :

Dekan

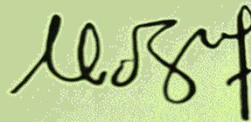
Fakultas Sains dan Teknologi



Prof. Drs. Damris M, M.Sc., Ph.D.
NIP. 196605191991121001

Ketua Jurusan MIPA

Fakultas Sains dan Teknologi



Dr. Madyawati Latief, S.P., M.Si.
NIP. 197206241999032001

RINGKASAN

Hidroksiapatit (HA) adalah mineral keramik yang merupakan salah satu bahan dasar penyusun tulang manusia dan material pertama yang di sintesis untuk implan tulang pada manusia. Hidroksiapatit (HA) mempunyai bentuk fisik berupa bubuk yang berwarna putih, abu-abu, hijau hingga kuning dan mempunyai rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Pada sintesis hidroksiapatit, sumber mineral utama penyusunnya adalah kalsium dan fosfat. Sumber kalsium terbesar di alam salah satunya banyak ditemukan pada tulang, cangkang dan kulit dari hewan laut. Dalam penelitian ini sumber kalsium berasal dari kulit yang menempel pada udang *papai*.

Untuk mensintesis material hidroksiapatit, banyak metode yang dapat digunakan seperti contohnya hidrotermal. Sintesis hidrotermal merupakan sebuah metode pembentukan kristal dengan memanfaatkan tekanan tinggi dengan suhu reaksi di atas titik didih dari air. Pada sintesis secara hidrotermal produk hasil sintesis dapat dipengaruhi oleh perbedaan penggunaan suhu. Variasi suhu dalam penelitian ini adalah 110, 130, 150 dan 170 °C. Berdasarkan hal tersebut, pembentukan hidroksiapatit yang sumber kalsiumnya berasal dari udang *papai* dengan metode sintesis yaitu hidrotermal diharapkan membentuk produk akhir berupa HA dari berbagai variasi suhu. Tujuan dari penelitian ini adalah menganalisis pengaruh suhu terhadap hasil sintesis hidroksiapatit dan menganalisis karakterisasi hasil sintesis hidroksiapatit dengan instrumentasi kimia seperti FTIR, SEM dan XRD.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa suhu terbaik untuk menghasilkan hidroksiapatit adalah 150 °C. Suhu yang lebih rendah akan menghasilkan hidroksiapatit dengan kualitas kurang baik dan kuantitasnya juga semakin menurun. Sedangkan untuk suhu 170 °C, hidroksiapatit yang dihasilkan akan mengalami penurunan kualitas. Ini ditunjukkan dari hasil analisis pada setiap instrumentasi. Spektrum FTIR menyajikan data bahwa gugus fungsi yang teridentifikasi dominan adalah OH^- dan PO_4^{3-} , yang merupakan gugus utama pembentuk HA. Namun juga ditemukan gugus lain berupa CO_3^{2-} sebagai gugus pengotor. Data FTIR juga diperkuat dari hasil difraktogram XRD hasil sintesis, bahwa setiap variasi membentuk HA dan ditemukannya CaCO_3 . Sedangkan data SEM menunjukkan jika HA yang diperoleh dari metode hidrotermal saat sintesis, kristalnya akan membentuk aglomerasi, namun semakin tinggi suhu, maka aglomerasi semakin berkurang. Dari setiap hasil karakterisasi, menguatkan fakta bahwa suhu optimal dalam penelitian ini adalah 150 °C.

Kata Kunci: Hidroksiapatit, udang *papai*, PCC, XRF, XRD, FTIR dan SEM.

SUMMARY

Hydroxyapatite (HA) is a ceramic mineral that is one of the basic building blocks of human bone and the first material to be synthesized for bone implants in humans. Hydroxyapatite (HA) has a physical form in the form of a white, gray, green to yellow powder and has the chemical formula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. In the synthesis of hydroxyapatite, the main mineral sources of the constituents are calcium and phosphate. One of the largest sources of calcium in nature is found in the bones, shells, and skins of marine animals. In this study, the source of calcium came from the skin attached to the *papai* shrimp.

To synthesize hydroxyapatite material, many methods can be used such as hydrothermal. Hydrothermal synthesis is a crystallization method by utilizing high pressure with a reaction temperature above the boiling point of water. In hydrothermal synthesis, the synthesis product can be affected by differences in the use of temperature. The temperature variations in this study were 110, 130, 150, and 170 °C. Based on this, the formation of hydroxyapatite whose calcium source comes from *papai* shrimp using the hydrothermal synthesis method is expected to form the final product in the form of HA from various temperature variations. The purpose of this study was to analyze the effect of temperature on the results of the synthesis of hydroxyapatite and to analyze the characterization of the results of the synthesis of hydroxyapatite with chemical instrumentation such as FTIR, SEM, and XRD.

The results showed that the best temperature to produce hydroxyapatite was 150 °C. A lower temperature would produce hydroxyapatite with poor quality and decreased quantity. As for the temperature of 170 °C, the resulting hydroxyapatite will experience a decrease in quality. This is shown from the results of the analysis on each instrumentation. The FTIR spectrum presents data that the dominant functional groups identified are OH^- and PO_4^{3-} which are the main groups forming HA. But also found another group in the form of CO_3^{2-} as an impurity group. The FTIR data was also strengthened from the XRD diffractogram results from the synthesis, that every variation of the form of HA and CaCO_3 was found. Meanwhile, SEM data shows that if HA is obtained from the hydrothermal method during synthesis, the crystals will form agglomerations, but the higher the temperature, the less agglomeration occurs. Each characterization result confirms the fact that the optimal temperature in this study is 150 °C.

Keywords: Hydroxyapatite, *papai* shrimp, PCC, XRF, XRD, FTIR, and SEM.

PRAKATA

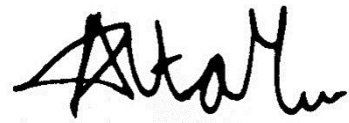
Penulis panjatkan puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah memberikan limpahan rahmat kesehatan dan kesempatan sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi atau Tugas Akhir untuk mendapatkan gelar Sarjana Strata 1, yang berjudul **Pengaruh Suhu Hidrotermal dalam Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dengan Memanfaatkan Potensi Udang *Papai* (*Acetes erythraeus*) Sebagai Sumber Kalsium** dengan sebaik-baiknya. Dalam pelaksanaan dan penyusunan laporan ini, penulis banyak dibantu dan didukung oleh berbagai pihak sehingga penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Drs. Damris M, M.Sc., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi.
2. Dr. Tedjo Sukmono, S.Si., M.Si., selaku Wakil Dekan Bidang Akademik, Kerjasama dan Sistem Informasi Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi.
3. Dr. Madyawati Latief, S.P., M.Si., selaku Ketua Jurusan MIPA Fakultas Sains dan Teknologi Universitas.
4. Heriyanti, S.T., M.Sc., M.Eng, selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Jambi dan sebagai pembimbing utama yang sudah membantu penulis selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
5. Rahmi, S.Pd., M.Si., sebagai pembimbing pendamping pada tugas akhir yang telah membantu penulis selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
6. Tim penguji skripsi yaitu Dr. Drs. Ngatijo, M.Si., sebagai penguji pertama, Edwin Permana, S.T., M.T., sebagai penguji kedua dan Nindita Clourisa Amaris Susanto S.Si., M.Sc., sebagai penguji ketiga, yang telah memberikan masukan dan saran kepada penulis untuk kemajuan serta perbaikan pada Tugas Akhir yang telah penulis kerjakan.
7. Dr. Lenny Marlinda, S.T., M.T, selaku Dosen Pembimbing Akademik penulis yang telah membantu penulis selama masa perkuliahan.
8. Bapak dan Ibu dosen Kimia di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas, yang telah memberikan ilmunya selama perkuliahan.
9. Teristimewa untuk kedua orang tua dari penulis yang selalu memberikan dukungan dan motivasi penuh kepada penulis.
10. Serta teman-teman seperjuangan angkatan 2017, yang tidak bisa disebutkan satu-persatu yang telah sama-sama belajar dan berjuang hingga saat ini.

Semoga jasa baik yang mereka berikan kepada penulis dapat menjadi amal jariah disisi Allah SWT, dan mendapatkan balasan yang baik disisi-Nya. Penulis menyadari laporan ini jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu penulis mengharapkan adanya kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan laporan. Akhir kata dari Penulis, saya ucapkan terima kasih.

Jambi, Juli 2021

Penulis

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Autar Mubarrak Elhadad'.

Autar Mubarrak Elhadad

NIM. F1C117034

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	i
RINGKASAN	ii
SUMMARY	iii
PRAKATA	iv
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi dan Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Hidroksiapatit	4
2.2 Udang <i>Papai</i> (<i>Acetes erythraeus</i>)	5
2.3 Metode hidrotermal	7
2.4 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	8
2.5 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	9
2.6 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	11
2.7 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	12
III. METODOLOGI PENELITIAN	14
3.1 Tempat dan Waktu	14
3.2 Bahan dan Peralatan	14
3.3 Metode Penelitian	14
3.4 Analisis Data	15
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	17
4.1 Hasil Karakterisasi Kalsinasi Udang <i>Papai</i>	17
4.2 Hasil Karakterisasi PCC	18
4.3 Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit	21
V. KESIMPULAN DAN SARAN	30
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	30
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	35

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persentase unsur dan oksida dominan pada udang papai	17
2. Persentase unsur dan oksida berupa pengotor pada udang papai.....	18
3. Hasil Bilangan Gelombang dari Spektrum FTIR.....	22
4. Data Standar JCPDS 9-432	27

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Kristal Hidroksiapatit.....	4
2. Udang Papai.....	6
3. Mekanisme Kerja Alat XRF	8
4. Mekanisme Kerja Alat XRD.....	9
5. Difraktogram ICDD 01-072-1243.....	10
6. Difraktogram XRD hidroksiapatit dari cangkang telur ayam	11
7. Mekanisme Kerja Alat FTIR	11
8. Mekanisme Kerja Alat SEM	12
9. Struktur 3D dari PCC.....	18
10. Spektrum FTIR Hasil Karakterisasi Endapan PCC	19
11. Difraktogram XRD dari senyawa PCC	20
12. Spektra FTIR Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit Sintesis	22
13. Morfologi Permukaan Luar Hidroksiapatit Untuk Citra SEM perbesaran 10.000X Hasil Sintesis Pada Suhu 110 °C (a), 130 °C (b), 150 °C (c) dan 170 °C (d)	25
14. Difraktogram Hasil Sintesis	26

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Prosedur Kerja	35
2. Dokumentasi Kerja.....	37
3. Perhitungan	39
4. Data XRF Udang <i>Papai</i>	41
5. Data XRD PCC	42
6. Data FTIR PCC	43
7. Data XRD Hidroksiapatit Hasil Sintesis	44
8. Data FTIR Hidroksiapatit Hasil Sintesis	46
9. Data SEM Hidroksiapatit Hasil Sintesis	50

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Hidroksiapatit adalah mineral keramik yang merupakan salah satu bahan dasar penyusun tulang manusia dan material pertama yang di sintesis untuk implan tulang pada manusia. Hidroksiapatit (HA) mempunyai bentuk fisik berupa bubuk yang berwarna putih, abu-abu, hijau hingga kuning dan mempunyai rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dengan rasio molar Ca/P sebesar 1,67 (Yelten dan Yilmaz, 2016). Hidroksiapatit yang memiliki struktur heksagonal dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk implan gigi dan tulang, karena mempunyai sifat bioresorbabilitas (mudah terdegradasi dengan waktu yang telah ditentukan seiring tersusunnya jaringan tulang baru) dan biokompabilitas (kemampuan material dalam menyesuaikan sistem metabolisme apabila diaplikasikan di tubuh manusia). Karakteristik kristalinitas HA yang menyerupai penyusun tulang dan gigi inilah yang menyebabkan implan dapat dilakukan dan diterima oleh tubuh (Noviyanti et al., 2017).

Kalsium dan fosfat adalah unsur utama penyusun hidroksiapatit dan juga merupakan penyusun tulang serta gigi (Aprini, 2018). Fosfat adalah ion yang mengandung 1 atom fosfor dan 4 atom oksigen. Sumber fosfat dapat berasal dari makanan yang banyak mengandung fosfor seperti telur, daging, kerang, susu hingga tahu. Kalsium dapat diperoleh dari berbagai macam bagian hewan seperti susu, telur, daging hingga cangkang atau kulit hewan. Oleh karena itulah biokeramik berupa kalsium fosfat sangat berpotensi menjadi biomaterial pengganti tulang dan gigi (Herawati, 2014). Meskipun tinggi akan kalsium, namun cangkang hewan tidak untuk konsumsi, lain halnya dengan hewan yang berukuran kecil, yang mana biasanya cangkang atau kulit akan menempel pada daging hewan tersebut. Contoh hewan yang kulit atau cangkangnya menempel pada daging adalah udang *papai* (*Acetes erythraeus*).

Udang *papai* (*Acetes erythraeus*) adalah jenis udang kecil dan memiliki ukuran tubuh dewasa sebesar 1-3 cm. Udang *papai* adalah cara penyebutan untuk masyarakat di Kuala Tungkal untuk udang kecil yang telah dikeringkan dengan atau tanpa garam dan kata ini berasal dari penyebutan *hudang papai* yang digunakan suku banjar untuk udang kering yang berukuran kecil. Udang *papai* memiliki kandungan kalsium sebesar 1209 mg kalsium dari setiap 100 g, ini jauh lebih banyak dari pada mineral lainnya seperti besi 6,3 mg per 100 g (Syarif et al., 2017). Kalsium pada udang *papai* adalah mineral terbesar yang ada dibandingkan dengan mineral lainnya. Kalsium tersebut berasal dari kulit udang yang menempel pada daging, sehingga kalsium yang ada dapat dimanfaatkan secara optimal.

Udang *papai* merupakan salah satu hasil tangkapan nelayan terbesar di Kuala Tungkal, Tanjung Jabung Barat, Jambi. Menurut Dinas Perikanan Kabupaten Tanjung Jabung Barat, pada tahun 2013 para nelayan bahkan mampu untuk menangkap udang *papai* hingga 863,9 ton dalam setahunnya. Para nelayan dan penggiat usaha di sana hanya mengolah udang *papai* menjadi makanan langsung atau produk turunan seperti terasi dan pemanfaatan lebih lanjut sangat minim dilakukan. Sehingga muncul inisiatif untuk menggunakan udang *papai* sebagai bahan dasar dalam pembuatan hidroksiapatit dengan memanfaatkan potensi kalsium yang besar tersebut.

Metode untuk mensintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai macam cara seperti metode hidrotermal (Zhang dan Xiao, 2020), metode kimia basah (Chandrasekar et al., 2013) dan metode pengendapan (Rafie dan Nordin, 2017). Sintesis hidrotermal merupakan sebuah metode pembentukan kristal dengan memanfaatkan tekanan tinggi dengan suhu reaksi di atas titik didih dari air (Amri et al., 2019). Metode hidrotermal dapat digunakan juga untuk ekstraksi mineral, sintesis material geologi dan pertumbuhan kristal. Penggunaan metode hidrotermal pada penelitian berdasarkan dari kelebihan metode dengan hasil berupa ukuran dan bentuk dari partikel dapat dikontrol, kereaktifan bubuk yang diperoleh tinggi dan larutan membentuk bubuk secara langsung (Ningsih, 2016).

Sintesis hidroksiapatit dengan menggunakan metode hidrotermal telah lama dilakukan dengan berbagai macam bahan dasar, seperti terumbu karang dengan hasil sintesis hidroksiapatit terbaik pada rasio Ca/P 1,67 yang memiliki ukuran partikel kristal sebesar 26,91 nm (Amri et al., 2019). Fa'ida (2014), melaporkan cangkang telur yang menjadi bahan dasar sintesis menghasilkan HA dengan rasio Ca/P 1,8. Herawati (2014), melaporkan bahwa sintesis HA dengan menggunakan cangkang tutut menghasilkan nano HA dengan rasio molar Ca/P sekitar 2,03 dan ukuran partikel 20-50 nm yang memiliki bentuk partikel *nanorod* dengan ukuran diameter dan panjang *rod* sebesar 15-20 nm dan 40-60 nm.

Dalam proses sintesis menggunakan metode hidrotermal, peran suhu sangat besar dalam menghasilkan kristal yang baik. Semakin tinggi suhu yang digunakan pada proses sintesis akan menghasilkan struktur dan bentuk kristal yang semakin baik pula, namun apabila suhu yang digunakan terlalu tinggi akan mengakibatkan kerusakan pada struktur kristal hidroksiapatit. Suhu yang ideal dan paling banyak digunakan dalam sintesis untuk hidroksiapatit adalah 180 °C. Seperti yang dilaporkan oleh Fa'ida (2014), bahwa cangkang telur ayam yang di

sintesis menjadi hidroksiapatit memiliki ukuran kristal terbaik pada suhu 200 °C, dari pada suhu 150, 250 dan 300 °C.

Penelitian mengenai hidroksiapatit berbahan dasar udang *papai* belum pernah dilakukan sebelumnya. Berdasarkan pemaparan di atas, maka penelitian tentang **“Pengaruh Suhu Hidrotermal dalam Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dengan Memanfaatkan Potensi Udang *Papai* (*Acetes erythraeus*) Sebagai Sumber Kalsium”** akan dilakukan dan karakteristik kristal dipelajari menggunakan alat XRF, XRD, SEM dan FTIR. Dari penelitian ini diharapkan agar penelitian mengenai sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai macam bahan laut yang lainnya dan agar pemanfaatan udang *papai* ini memiliki jangkauan yang lebih luas lagi.

1.2 Identifikasi dan Perumusan Masalah

Hidroksiapatit adalah senyawa yang dapat dibuat secara sintesis dengan menggunakan berbagai macam sumber kalsium. Salah satu sumber kalsium tertinggi pada hewan ada di tulang, cangkang atau kulitnya. Namun cangkang atau kulit hewan tidak untuk dikonsumsi. Berbeda halnya apabila hewan tersebut berukuran kecil, karena kulit akan menempel pada daging hewan tersebut, seperti pada udang *papai*. Hidroksiapatit dapat di sintesis dengan berbagai macam metode, seperti hidrotermal. Salah satu faktor pada sintesis dengan menggunakan metode hidrotermal adalah suhu, semakin tinggi suhu, maka akan semakin baik pula kristal yang dihasilkan, namun jika suhu yang digunakan terlalu tinggi yang akan terjadi adalah kerusakan pada kristal. Berdasarkan uraian pada latar belakang di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini, yaitu:

1. Bagaimana pengaruh suhu pada hasil sintesis hidroksiapatit?
2. Bagaimana karakterisasi hidroksiapatit hasil sintesis?

1.3 Tujuan

Berdasarkan dari rumusan masalah yang ada, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisis pengaruh suhu terhadap hasil sintesis hidroksiapatit.
2. Menganalisis karakterisasi hidroksiapatit hasil sintesis.

1.4 Manfaat

1. Bagi mahasiswa sebagai penerapan ide dalam penelitian.
2. Hasil penelitian akan meningkatkan potensi udang *papai* sebagai sumber daya alam di Provinsi Jambi yang memiliki nilai guna sebagai sumber kalsium untuk sintesis hidroksiapatit.

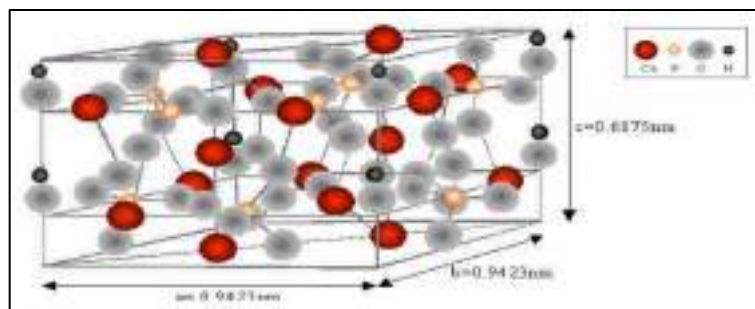
II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hidroksiapatit

Hidroksiapatit merupakan bagian dari kelompok mineral *apatite* (bahasa Yunani *Apátē* berarti menipu). Hidroksiapatit adalah material anorganik yang sistem kristalnya terbentuk dari kalsium dan fosfor atau disebut juga kalsium fosfat dan mempunyai rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Kristal hidroksiapatit (HA) ditemukan juga pada gigi manusia terutama pada enamel dan dentin. Pada tulang manusia, mineral ini ada sebesar 60-70% (Aprini, 2018).

Kajian mengenai pemanfaatan hidroksiapatit dalam kehidupan sehari-hari telah lama dilakukan. Hidroksiapatit telah di komersialkan sejak tahun 1980. Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan mereaksikan prekursor kalsium dan fosfat (Supangat dan Cahyaningrum, 2017). Penelitian yang telah dilakukan di Indonesia telah banyak memanfaatkan bahan yang berasal dari alam hingga limbahnya sebagai sumber kalsium seperti cangkang telur ayam (Noviyanti et al., 2017), cangkang kepiting (Supangat dan Cahyaningrum, 2017), terumbu karang (Amri et al., 2019), tulang sapi (Yuliana et al., 2017) dan cangkang sotong (Henggu et al., 2019).

Hidroksiapatit biasa dijumpai dalam bentuk serbuk dan memiliki banyak warna seperti abu-abu, kuning hingga putih. Hidroksiapatit mempunyai massa molekul sekitar 502,31 g/mol. Menurut Wahdah et al., (2014), kelarutan hidroksiapatit di dalam air sebesar 0,0008 g/mL. Hidroksiapatit memiliki struktur kristal heksagonal. 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 HA akan dipengaruhi oleh adanya penambahan dari senyawa lain. Penambahan kitosan contohnya akan cenderung dapat menambah jumlah pori dari pada ukuran pori atau bisa disebut pula dengan adanya penambahan kitosan tersebut berpengaruh pada kuantitas pori dan bukan pada kualitasnya (Sulistioso et al., 2012).



Gambar 1. Struktur Kristal Hidroksiapatit (Gomes et al., 2008)

Seperti yang pernah dilaporkan oleh Prabaningtyas (2015), hidroksiapatit memiliki 2 ukuran molekul yang paling sering dijumpai yaitu mikro dan nano. Kedua ukuran tersebut punya kelebihan masing-masing. Ukuran mikro pada hidroksiapatit mempunyai ikatan kristal yang kuat sehingga mudah untuk berikatan pada organ tubuh (biokompatibilitas) dan memiliki luas permukaan yang kecil. Sedangkan ukuran kristal nano pada hidroksiapatit mempunyai kelebihan kerapatan dan sifat bioaktif yang lebih baik dari mikro.

Hidroksiapatit yang baik digunakan pada tubuh adalah yang memenuhi kriteria bioaktif, biokompatibel, bioresorbabilitas dan tidak berbahaya bagi tubuh. Hidroksiapatit dapat digunakan pada tubuh karena juga banyak ditemukan pada organ tubuh seperti tulang dan gigi, sehingga sifat kimia dari senyawa ini tidak mengganggu sistem kerja tubuh. Perbandingan antara kalsium dan fosfor pada HA sebesar 1,67 dan ini sama halnya dengan sifat kimia HA pada tubuh manusia.

Konsumsi sesuatu yang memiliki pH asam dapat mengurangi konsentrasi dari hidroksiapatit, karena mineral hidroksiapatit akan terlarut oleh adanya pengaruh asam. Ion Ca^{2+} pada hidroksiapatit dapat menyerap dan merubah logam berat dan senyawa organik menjadi ion-ion. Ion H^+ dari asam akan mengikat ion OH^- dan PO_4^{3-} sehingga reaksi stoikiometrinya akan bergeser ke arah kanan dan mengakibatkan konsentrasi HA berkurang. Hal inilah yang menyebabkan tulang dan gigi mengalami keropos, karena asam dapat melepaskan atau melarutkan mineral seperti hidroksiapatit yang terdapat pada tulang maupun gigi (Suryadi, 2011).

Material hidroksiapatit yang mempunyai sifat biokompatibel, dapat digunakan untuk pelapis implan hingga dalam proses penyembuhan jaringan keras (gigi dan tulang) yang patah ataupun rusak. Selain itu, HA mempunyai sifat osteokonduktif yakni menjadi wadah untuk pertumbuhan sel tulang baru (Suryadi, 2011). Hidroksiapatit merupakan salah satu bagian dalam keramik tipe *alloplast*. *Alloplast* adalah satu dari 4 golongan *bone graft*, yang dapat untuk merekonstruksi kerusakan yang ada pada tulang akibat infeksi, cacat, trauma hingga tumor yang menyerang (Haries, 2015).

2.2 Udang Papai (*Acetes erythraeus*)

Hudang papai adalah cara penyebutan suku Banjar untuk udang kering kecil. Dalam perkembangannya penyebutan *hudang papai* telah digunakan diberbagai daerah oleh penduduk lokal karena adanya migrasi dari masyarakat bersuku Banjar. Agar memudahkan penyebutannya maka penduduk lokal mengganti kata *hudang papai* menjadi *udang papai*. Penyebutan *udang papai* banyak digunakan berbagai daerah seperti halnya Kuala Tungkal, Tanjung

Jabung Barat, Jambi. Kata udang *papai* digunakan sebagai pengganti dari udang rebon, karena ukurannya yang sama-sama kecil maka banyak daerah yang mempunyai mayoritas suku Banjar mengganti sebutan udang rebon menjadi udang *papai* atau *hudang papai*. Udang *papai* dewasa akan memiliki rata-rata panjang sekitar 1-3 cm (Anggo et al., 2014). Dari setiap 100 g udang *papai* kering mengandung senyawa metabolit primer sebanyak 295 kalori; 62,4 g protein; 2,3 g lemak; 1,8 g karbohidrat; 210 mg vitamin A dan 0,14 mg vitamin B1 dan selain itu juga mengandung beberapa mineral seperti 1209 mg kalsium dan 6,3 mg zat besi (Syarif et al., 2017).

Udang *papai* segar maupun kering memiliki nilai gizi yang tinggi terutama protein dan kalsium. Udang *papai* segar akan lebih mudah mengalami pembusukan, sehingga perlu dilakukan diversifikasi produk olahan udang papai yang lebih menarik dan menyehatkan, contohnya adalah dilakukan pengawetan dengan garam dan mengolahnya menjadi terasi (Mardiyati dan Amruddin, 2017). Udang *papai* (*Acetes erythraeus*) merupakan jenis udang yang banyak dijumpai di perairan Asia Tenggara. Klasifikasi pada udang *papai* yaitu sebagai berikut:

Gambar 2. Udang Papai



Kerajaan	:	Animalia
Filum	:	Arthropoda
Subfilum	:	Crustacea
Kelas	:	Malacostraca
Ordo	:	Decapoda
Subordo	:	Dendrobranchiata
Famili	:	Sergestidae
Genus	:	<i>Acetes</i>
Spesies	:	<i>Acetes erythraeus</i>

Pada dasarnya udang *papai* dapat ditangkap oleh nelayan setiap hari karena mereka hidup berkelompok, namun untuk beberapa bulan tertentu nelayan akan memperoleh tangkapan yang besar karena adanya pengaruh dari musim kawin yang dilakukan udang *papai*. Kalsium pada hewan laut banyak ditemukan di cangkang atau kulit. Sama halnya dengan udang *papai*, kalsium

yang terdapat pada hewan ini terletak pada kulitnya. Untuk mendapatkan kalsium yang tinggi dari udang ini adalah cukup dengan konsumsi langsung tanpa memisahkan kulit dari daging, hal ini karena ukuran udang *papai* yang kecil, sehingga kulit dan daging dari udang *papai* tampak menyatu dan sulit untuk dipisahkan. Udang *papai* yang ditangkap oleh nelayan biasa akan di konsumsi langsung karena kandungan kalsium dalam setiap 100 g udang *papai* sekitar 1.209 mg atau setara dengan 8 kali kandungan kalsium pada 100 g susu sapi (Anwar, 2018).

2.3 Metode hidrotermal

Kata hidrotermal berasal dari *hydro* (air) dan *thermal* (panas). Sehingga, hidrotermal dapat dikatakan sebagai proses pemanasan dengan menggunakan pelarut air. Dalam menjalankan metode hidrotermal akan dilakukan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup menggunakan air. Sintesis hidrotermal secara umum didefinisikan sebagai sintesis kristal atau pertumbuhan kristal pada suhu dan tekanan yang tinggi. Sintesis hidrotermal biasanya dilakukan pada suhu di bawah 300 °C (Ningsih, 2016).

Air adalah pelarut universal dan baik digunakan dalam melarutkan senyawa ionik. Air baik untuk melarutkan senyawa ionik pada tekanan dan suhu tinggi. Penggunaan air dalam sintesis sangat efektif untuk mendapatkan bubuk yang baik. Bubuk yang dihasilkan dapat berbentuk kristal atau amorf. Untuk reaksi hidrotermal dalam bidang kimia material biasa digunakan untuk pembentukan material keramik (Ningsih, 2016).

Kelebihan metode hidrotermal ada tiga, yaitu:

1. Terbentuk bubuk secara langsung dari larutan.
2. Ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan material awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda.
3. Kereaktifan bubuk yang dihasilkan tinggi.

Kekurangan dari metode hidrotermal, yaitu:

1. Solubilitas material awal harus dikethau.
2. *Slurry* hidrotermal bersifat korosif.
3. Penggunaan bejana tekanan yang tinggi akan berbahaya jika terjadi kecelakaan.

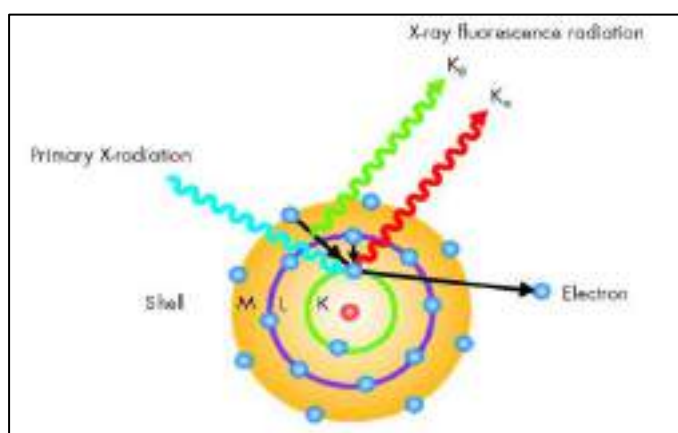
Sintesis secara hidrotermal untuk membuat hidroksiapatit telah banyak dilakukan. Sumber kalsium untuk sintesis hidroksiapatit dapat berasal dari berbagai hewan darat maupun laut dan dari berbagai bagian tubuh hewan seperti cangkang, kulit serta tulang. Selain pemanfaatan langsung tubuh hewan dalam menjalankan sintesis secara hidrotermal, dalam beberapa penelitian sumber kalsium diubah menjadi senyawa lain seperti PCC (*Precipitated Calcium*

Carbonate) yang berfungsi untuk menjadikan waktu semakin singkat dan suhu yang digunakan lebih rendah. Meskipun PCC adalah senyawa kalsium karbonat, namun senyawa ini mempunyai struktur kristal yang berbeda dari jenis karbonat lain, sehingga hasil pembentukan hidroksiapatit yang sumber kalsiumnya berbentuk PCC dipastikan memiliki kristal dengan kemurnian yang tinggi (Sitohang et al., 2016). PCC mempunyai fasa kristal berupa *calcite*. Dalam persenyawaan CaCO_3 , fasa *calcite* lebih baik dibandingkan dengan fasa *aragonite* dan *vaterite*. Menurut penelitian yang telah dilakukan Amri et al., (2019), sintesis hidroksiapatit yang sumber kalsiumnya berasal dari PCC terumbu karang menghasilkan kristal HA dengan derajat kristalinitas yang tinggi dan strukturnya berbentuk heksagonal serta kandungan hidroksiapatit yang didapatkan murni tidak terdapat fase kristal lain.

2.4 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray fluorescence (XRF) adalah alat spektrometer yang digunakan untuk analisis mineral atau sedimen dalam suatu senyawa kimia. XRF mempunyai kelebihan seperti biaya operasional yang rendah, kemudahan dalam persiapan sampel dan punya stabilitas yang tinggi pada alat, sehingga alat ini banyak digunakan dalam berbagai macam pengamatan. Untuk prinsip kerja dari alat ini adalah dengan memanfaatkan pencacahan sinar-X yang dipancarkan oleh suatu unsur akibat adanya isi ulang elektron yang kosong pada orbital yang dekat dengan inti atom oleh elektron yang ada pada orbital terluar. Perbedaan energi pada dua bagian orbital itu akan ditampilkan sebagai sinar-X yang dipancarkan oleh atom. Spektrum sinar-X akan menghasilkan puncak khusus dari setiap unsur, sehingga dapat diketahui unsur apa saja yang terkandung di dalam suatu sampel yang diamati (Sembiring et al., 2019).

Gambar 3. Mekanisme Kerja Alat XRF



Penggunaan XRF dalam bidang penelitian material zat padat sangat banyak. Analisis menggunakan XRF memberikan informasi unsur, molekul atau

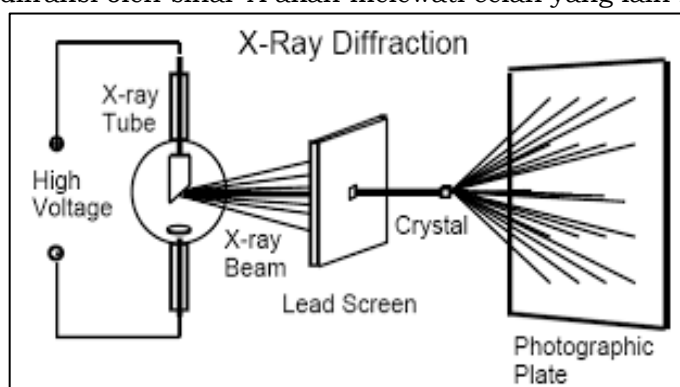
komposisi kimia yang terkandung dalam suatu zat. Contoh dari penggunaan XRF yang menampilkan hasil molekul adalah dalam analisis terumbu karang sebagai sumber kalsium pada pembuatan hidroksiapatit. Hasil analisis menunjukkan bahwa terumbu karang memiliki kandungan CaO sebesar 78,81%, sehingga penelitian untuk membuat hidroksiapatit dari terumbu karang sangat dapat terjadi dan pada akhir penelitiannya, hidroksiapatit yang dihasilkan berkualitas baik dengan bentuk struktur kristal berupa heksagonal (Amri et al., 2019).

2.5 X-Ray Diffraction (XRD)

Wilhelm Conrad Röntgen (1845- 1923) adalah seorang fisikawan yang menerima nobel pertama kali dalam bidang ilmu fisika dengan penemuannya berupa sinar-X pada tahun 1901. Sinar-X yang ditemukan oleh Röntgen ini merupakan sebuah radiasi yang keluar dari sebuah tabung muatan, dengan tekanan sekitar 0,01 Torr. Elektroda pada tabung ini dialirkan dengan muatan elektrik yang mempunyai tegangan tinggi, sehingga menghasilkan elektron pada katoda. Elektron ini selanjutnya akan menabrakkan dirinya ke anoda sehingga dapat memancarkan sinar-X tersebut. Salah satu contoh alat yang menggunakan radiasi sinar-X sebagai sumber energi adalah XRD. XRD (difraksi sinar-X) adalah suatu teknik ataupun metode bersifat tidak merusak untuk analisis struktur kristal dalam skala atomik. Metode ini didasarkan pada hamburan sinar-X dalam sudut tertentu oleh atom yang teratur di dalam kristal (Setianingsih et al., 2018).

Gambar 4. Mekanisme Kerja Alat XRD

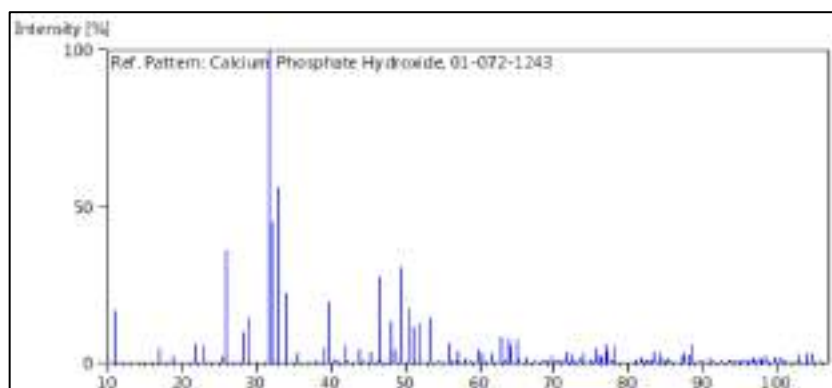
Prinsip kerja dari alat XRD yaitu saat sinar-X ditembakkan menuju bagian tertentu dari suatu zat padat akan melewati celah logam. Selanjutnya spesimen yang telah terdifraksi oleh sinar-X akan melewati celah yang lain lagi yaitu celah



anti-hambur, berfungsi untuk mengurangi efek dari radiasi dan meningkatkan rasio agar detektor menerima sinar-X yang telah ditembakkan pada spesimen atau bagian tersebut. Kemudian hasil dari peristiwa tersebut akan membuat berkas cahaya menuju satu pusat untuk menentukan lebar berkas yang sampai ke detektor. Puncak difraksi yang telah dihasilkan akan membentuk difraktogram

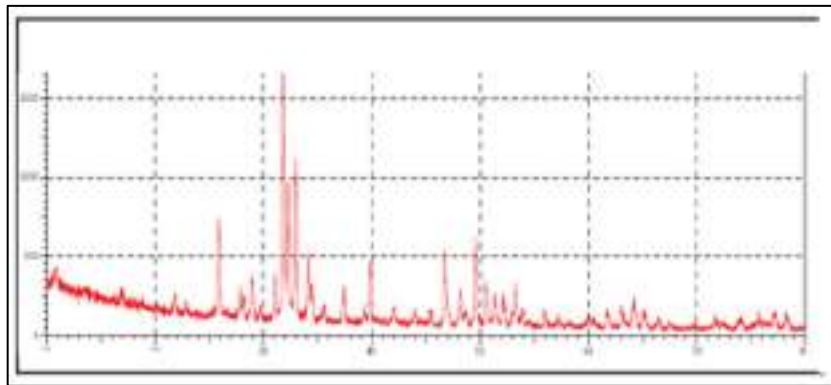
pada pengolahan data dengan harga intensitas atom atau zat yang berbeda-beda pada sudut 2θ . Puncak hasil difraksi akan bertambah sebanding dengan menurun tingkat simetri dari suatu kristal (Suryanarayana dan Norton, 2007).

Alat XRD telah banyak digunakan pada penelitian di bidang kimia keramik, seperti dalam pengamatan pada senyawa hidroksiapatit. Alat XRD dapat digunakan untuk analisis kristal seperti struktur, derajat kristalinitas, ukuran kristal, unsur dan parameter kisi. Data standar untuk pola difraksi XRD senyawa hidroksiapatit dapat dilihat dari data ICDD (*International Center for Diffraction Data*) 01-072-1243 atau JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) 9-432 yang mana puncak tertinggi berada pada nilai hkl: 211, 112 dan 300.



Gambar 5. Difraktogram ICDD 01-072-1243

Dalam menentukan hasil penelitian yang diperoleh apakah baik atau tidak dapat dibandingkan dengan data standar yang ada. Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Amri et al., (2019), hidroksiapatit yang di sintesis dari terumbu karang menunjukkan hasil puncak yang sama dengan data ICDD 01-072-1243 dan tidak ditemukan adanya puncak lain. Hasil dari data XRD ini menunjukkan bahwa kristal yang dihasilkan mempunyai kemurnian yang tinggi dan struktur kristal berbentuk heksagonal. Setelah itu data XRD yang dihasilkan digunakan untuk menghitung ukuran diameter kristal dan untuk menentukan derajat kristalinitas, sehingga ukuran kristal dapat diketahui. Sedangkan data XRD yang ditunjukkan JCPDS 9-432 dalam sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur ayam menunjukkan puncak dengan sudut 2θ 31,809; 32,228 dan 32,949 ini menunjukkan nilai hkl 211, 112 dan 300. Dengan dilakukan analisis XRD, dapat dipastikan HA yang telah di sintesis memiliki data yang sesuai dengan data standar (Mawadara et al., 2016).

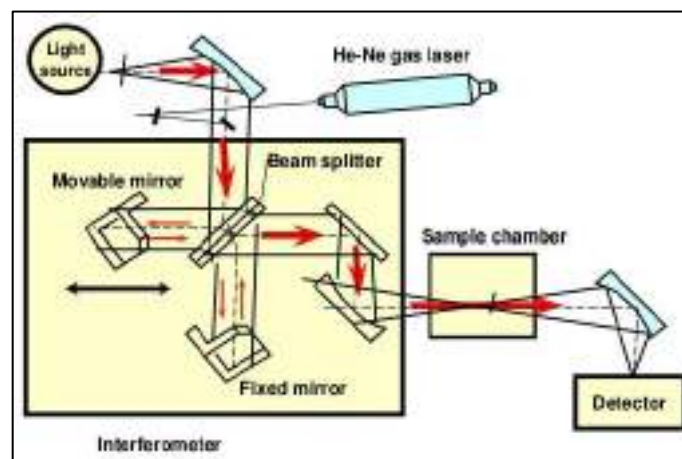


Gambar 6. Difraktogram XRD hidroksiapatit dari cangkang telur ayam

2.6 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier Transform Infra Red (FTIR) adalah alat spektroskopi untuk menganalisis gugus fungsi dari suatu zat yang memanfaatkan radiasi infra merah sebagai sumber energi. Cara kerja FTIR dimulai dari saat sampel ditembakkan sinar infra merah, lalu sinar tersebut akan menembus sampel dan ditangkap oleh detektor. Hasil dari tangkapan detektor ini selanjutnya diolah menjadi spektrum yang menyajikan gugus fungsi atau komposisi dari zat yang telah diamati (Wibisono, 2017). Spektrum yang tersaji dari hasil pengujian dapat dianalisis dengan memperhatikan bilangan gelombang yang tercatat, karena setiap gugus fungsi menunjukkan karakteristik yang berbeda pada hasil bilangan gelombangnya. Bilangan gelombang mempunyai satuan berupa invers dari sentimeter yaitu cm^{-1} (Day dan Underwood, 2002).

Gambar 7. Mekanisme Kerja Alat FTIR



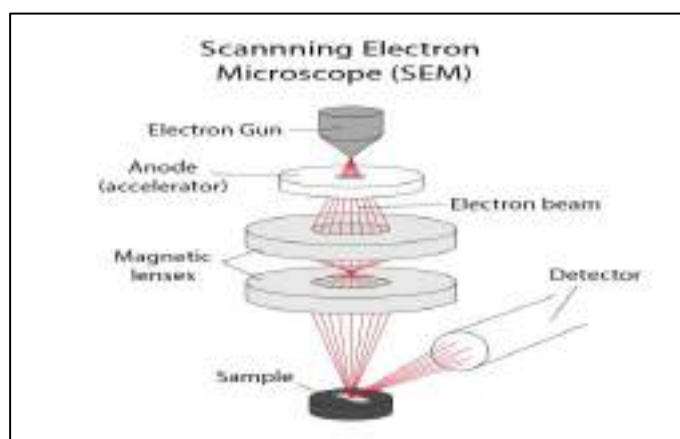
Salah satu alat karakterisasi yang paling umum digunakan dalam penelitian bidang material obat maupun keramik adalah FTIR. FTIR memberikan data berupa gugus fungsi yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur penyusun dari suatu zat. Dalam bidang biomaterial keramik seperti pada penelitian hidroksiapatit, alat FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus

fungsi, seperti yang telah dilaporkan oleh Yuliana et al., (2017), untuk sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi diperoleh spektrum FTIR hasil analisis menunjukkan adanya gugus PO_4^{3-} pada bilangan gelombang $568,39\text{ cm}^{-1}$ dan $603,29\text{ cm}^{-1}$, gugus OH^- yang terdeteksi di bilangan gelombang $3566,05\text{ cm}^{-1}$ dan gugus Ca-O yang terdeteksi karena adanya vibrasi ulur asimetri pada 4 bilangan gelombang yaitu $1546,53\text{ cm}^{-1}$; $1516,96\text{ cm}^{-1}$; $1463,62\text{ cm}^{-1}$; dan $1425,74\text{ cm}^{-1}$. Hasil identifikasi gugus fungsi untuk senyawa hidroksiapatit yang berbeda ditemukan dalam penelitian yang sumber kalsiumnya berasal dari cangkang keong sawah. Pada penelitian ini dilakukan dua variasi metode yaitu hidroksiapatit *porous* dan *dense*, hasil yang didapatkan berupa adanya gugus PO_4^{3-} dan OH^- , namun hasil juga menunjukkan adanya gugus lain seperti CO_3^{2-} , hal ini disebabkan oleh adanya reaksi antara HA dengan CO_2 yang terdapat pada atmosfer atau udara selama proses sintesis (Siregar dan Sulistyowati, 2019).

2.7 Scanning Electron Microscope (SEM)

Instrumentasi SEM didasarkan dari dikembangkannya mikroskop buatan E. Bruche dan H. Johansson. *Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah mikroskop jenis elektron yang dapat untuk mengamati objek secara 3 dimensi. Alat SEM mampu memberikan resolusi hingga 1 nm atau $1.000.000\times$ perbesaran. Gambar yang ditampilkan pada alat ini diperoleh dari pendeteksian dengan menggunakan 2 macam elektron, yaitu elektron sekunder dan elektron primer serta dengan tambahan dari sinar-X. Pada pengamatan dengan menggunakan SEM, sampel tidak dibuat dalam bentuk yang tipis, karena itu SEM dapat untuk memproyeksikan objek dari sudut 3 dimensi (Setianingsih, 2017).

Gambar 8. Mekanisme Kerja Alat SEM



Prinsip dan cara kerja dari SEM yaitu elektron akan membaca sampel dari sumbu pemindaianya. Interaksi yang terjadi dari elektron dan sampel akan menghasilkan berbagai macam jenis emisi. Emisi yang terbaca tersebut akan

ditangkap oleh detektor dan menunjukkan informasi karakterisasi dari sampel yang diamati (Wibisono, 2017).

SEM telah banyak digunakan dalam berbagai bidang ilmu, salah satu penggunaan alat ini yang terbanyak adalah pada bidang biomaterial. Pada penelitian biomaterial seperti pembentukan atau sintesis hidroksiapatit (HA) SEM digunakan untuk melihat morfologi zat, jumlah pori, ukuran pori hingga mengetahui bentuk partikel dari zat. Dalam pengamatan morfologi HA yang dibuat dari cangkang telur, hasil dari pengamatan SEM menunjukkan bahwa partikel HA membentuk granular mendekati bola. Salah satu faktor yang mempengaruhi ukuran partikel adalah rasio perbandingan zat, seperti pada penelitian ini, hidroksiapatit dengan rasio Ca/P 0,67 lebih besar ukuran partikelnya dari pada rasio Ca/P 2,67 (Wardani et al., 2015).

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Sulistioso et al., (2012), jumlah dan pori dari senyawa dapat mengalami perubahan apabila ditambahkan zat lain. Pada sintesis hidroksiapatit berpori dengan porogen kitosan diketahui jumlah porogen akan mempengaruhi jumlah dan ukuran pori. Namun, hasil menunjukkan bahwa penambahan porogen kitosan akan cenderung lebih menambah jumlah pori (kuantitas) dari pada memperbesar ukuran pori (kualitas). Hal ini disebabkan oleh semakin banyak kitosan yang ditambahkan maka akan semakin banyak terjadinya perekatan gugus kitosan dan tidak terjadi penambahan volume kitosan yang terekat.

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu

Penelitian ini dikerjakan pada bulan September 2020 sampai Januari 2021. Tempat penelitian dilaksanakan yaitu di Laboratorium Instrumentasi dan Tugas Akhir, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Jambi.

3.2 Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah udang *papai* (*Acetes erythraeus*), NH_4OH 32% (Merck KGaA) 2,5 L, asam sitrat komersil, baking soda komersil, akuades, HNO_3 65% (Smart-Lab A-1063B) dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (Merck KGaA) 500 g. Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas kimia, gelas ukur, pipet volumetrik, pipet tetes, set alat infus, cawan porselen, neraca analitik, ayakan, sendok, corong, statif, *magnetic stirrer*, *furnace* Naberthem L9/12, desikator, kertas saring, aluminium foil, blender, *hot plate*, kertas indikator pH, batang pengaduk, oven, *vessel* hidrotermal, *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) Shimadzu IR Prestige 21, *X-ray Diffraction* (XRD) PANalytical X'Pert PRO, *X-Ray Fluorescence* (XRF) RIGAKU-NEX QC+QuanTEZ dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) FEI Inspect-S50.

3.3 Metode Penelitian

Preparasi Udang *Papai*

Udang *papai* dijemur di bawah sinar matahari selama 1 hari untuk mengurangi kadar air. Setelah itu, udang *papai* kering dihaluskan menggunakan blender, lalu menggunakan ayakan 30 *mesh* dilakukan pengayakan. Selanjutnya dimasukkan udang *papai* serbuk ke cawan porselen untuk di kalsinasi dalam *furnace* selama 3 jam dengan suhu 900 °C yang bertujuan mengubah CaCO_3 menjadi CaO . Serbuk udang *papai* dibiarkan dingin dalam *furnace* selama 24 jam. Serbuk hasil kalsinasi inilah yang akan digunakan untuk sintesis hidroksiapatit. Serbuk udang hasil kalsinasi selanjutnya akan dilakukan analisis XRF untuk menganalisis kandungan Ca.

Pembuatan PCC (*Precipitated Calcium Carbonate*)

Sebelum sintesis hidroksiapatit dilakukan, serbuk hasil kalsinasi diubah terlebih dahulu menjadi PCC (*Precipitated Calcium Carbonate*) dengan metode rekarbonasi yang bertujuan untuk merubah CaO menjadi PCC. Proses ini dilakukan dengan CaO (serbuk udang *papai* hasil kalsinasi) yang dilarutkan dalam HNO_3 2 M dengan perbandingan 17 g CaO /300 mL HNO_3 . Setelah itu, dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dan dipanaskan di atas *hot plate* pada kondisi suhu 60 °C.

Setelah larutan homogen, dipisahkan antara filtrat dan residu. Kemudian filtrat ditambahkan dengan larutan NH_4OH 32% secara perlahan hingga pH larutan menjadi 12. Setelah itu larutan dilakukan penyaringan untuk memisahkan residu dan filtrat. Kemudian asam sitrat komersil sebanyak 50 g dilarutkan dalam 200 mL air dan dicampurkan dengan baking soda komersil 50 g yang dilarutkan kedalam 30 mL air, campuran ini akan menghasilkan gas CO_2 . Selanjutnya filtrat dialirkan gas CO_2 secara perlahan hingga pH menjadi 8. Ketika gas telah tepat habis ditambahkan, maka akan terbentuk endapan putih yang disebut dengan PCC. PCC selanjutnya akan di saring dan dicuci dengan akuades hingga pH 7. Selanjutnya dilakukan pengeringan di dalam oven pada suhu 110°C yang berfungsi untuk menghilangkan sisa air. PCC yang terbentuk selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

Sintesis HA dari PCC

PCC sebanyak 2 g dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebanyak 1,5264 g dilarutkan dalam masing-masing akuades sebanyak 100 mL. Selanjutnya kedua larutan dicampurkan, campuran tersebut memiliki rasio Ca/P 1,73. Sebelum sintesis dimulai, pH larutan diatur menjadi 11 menggunakan larutan NH_4OH 32%. Proses sintesis dilakukan dalam *vessel* hidrotermal menggunakan variasi suhu 110, 130, 150 dan 170°C dengan waktu reaksi 8 jam pada oven. Tahap terakhir dalam sintesis hidroksiapatit ini adalah pemurnian yang dilakukan untuk memisahkan hidroksiapatit dari sisa reaktan dengan air sehingga hasil lebih murni dan dapat di karakterisasi lebih lanjut.

Tahap akhir pada sintesis ini adalah penyaringan hidroksiapatit. Kemudian endapan yang dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C . Selanjutnya akan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan FTIR, SEM dan XRD.

3.4 Analisis Data

Efisiensi Hidroksiapatit

Untuk mengetahui seberapa banyak hasil perolehan sintesis hidroksiapatit, maka akan dihitung efisiensinya sebagai berikut.

$$\% \text{efisiensi hidroksiapatit} = \frac{\text{massa hidroksiapatit}}{\text{massa awal kalsium dan prekursor}} \times 100\%$$

Ukuran Kristal

Derajat kristalinitas dapat diperoleh dari persamaan:

$$\text{kristalinitas} = \frac{\text{fraksi luas kristal}}{\text{fraksi } L \text{ kristal} + \text{fraksi } L \text{ amorf}} \quad (1)$$

Fraksi luas kristal merupakan perkalian B dengan intensitas B. B adalah FWHM dari puncak. Nilai B dapat diperoleh melalui persamaan:

$$B = \frac{1}{2} (2\theta_2 - 2\theta_1) \quad (2)$$

Ukuran partikel dapat diperoleh dari persamaan:

$$D = \frac{k\lambda}{B\cos\theta} \quad (3)$$

Keterangan:

D = Ukuran partikel atau kristal

k = Faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

λ = Panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å)

B = Nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) (rad)

θ = Sudut difraksi (derajat/°)

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Karakterisasi Kalsinasi Udang Papai

Tahap pertama dalam memulai penelitian ini yaitu dengan mengeringkan udang *papai* di bawah sinar matahari terlebih dahulu. Tujuan dari perlakuan ini untuk menghilangkan kadar air agar serbuk kalsium oksida (CaO) yang dihasilkan pada saat proses kalsinasi nantinya menjadi lebih murni. Setelah itu udang *papai* dilakukan penghalusan dengan blender dan dilakukan pengayakan dengan ayakan 30 *mesh* agar saat proses kalsinasi berlangsung, panas dari *furnace* dapat menguapkan komponen organik dan anorganik pada udang secara optimal.

Kalsinasi merupakan proses pemanasan yang menggunakan suhu tinggi dengan tujuan untuk menguapkan komponen yang tidak dibutuhkan (Nordin et al., 2015). Menurut laporan dari (Mohamed et al., 2012), untuk menghasilkan CaO dari bahan laut dengan menggunakan metode kalsinasi, suhu dan waktu sangat besar pengaruhnya. Proses kalsinasi pada penelitian ini dilakukan selama 3 jam pada suhu 900 °C, yang bertujuan untuk menghilangkan komponen-komponen organik dan mengubah senyawa kalsium karbonat (CaCO₃) pada udang *papai* menjadi kalsium oksida (CaO). Selanjutnya serbuk hasil kalsinasi akan dibiarkan selama 24 jam di dalam *furnace* agar fasa kristal CaO lebih stabil. Persentase kandungan Ca dan CaO dalam abu dilakukan analisis dengan menggunakan instrumentasi XRF. Reaksi penguraian CaCO₃ menjadi CaO, yaitu:

Hasil karakterisa $\text{CaCO}_{3(s)} \rightarrow \text{CaO}_{(s)} + \text{CO}_{2(g)}$ en yang dominan disajikan pada Tabel 1. dan pengotor tersaji pada Tabel 2.

Tabel 1. Persentase unsur dan oksida dominan pada udang *papai*

Unsur	Persentase (%)	Molekul Oksida	Persentase (%)
Ca	70,8	CaO	63,4
P	13,1	P ₂ O ₅	22,9
K	4,32	K ₂ O	3,62
Mo	3,5	MoO ₃	3,3
Sr	3	SrO	2,05
In	2,5	In ₂ O ₃	1,7
Total	97,22		96,97

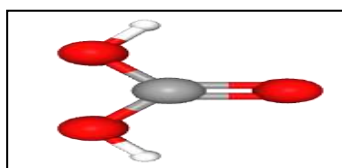
Tabel 2. Persentase unsur dan oksida berupa pengotor pada udang *papai*

Unsur	Persentase (%)	Molekul Oksida	Persentase (%)
S	0,54	SO ₃	1,3
Ti	0,12	TiO ₂	0,12
Mn	0,15	MnO	0,12
Cu	0,11	CuO	0,077
Zn	0,11	ZnO	0,081
Yb	0,27	Yb ₂ O ₃	0,19
Re	0,05	Re ₂ O ₇	0,04
Total	1,35		1,928

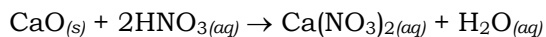
Dari Tabel 1. dapat dilihat bahwa kandungan terbesar dalam udang *papai* adalah Ca dan CaO dengan persentase sebesar 70,8% dan 63,4%. Terdapat juga berbagai unsur dan oksida lain yang cukup dominan masih terkandung dalam abu hasil kalsinasi yang ditunjukkan dengan persentase yang cukup besar seperti P, K, Mo, Sr dan In. Selain itu, ada beberapa unsur pengotor yang teridentifikasi pula seperti S, Ti, Mn, Zn, Yb dan Re yang tersaji pada Tabel 2. Kandungan kalsium yang tinggi dari udang *papai* ini menandakan bahwa peluang terbentuknya HA pada saat dilakukannya sintesis besar. Merujuk pada penelitian yang telah dilakukan oleh Amri et al., (2019), yang sumber kalsiumnya berasal dari terumbu karang dengan kandungan CaO sebesar 78,81%, sintesis HA dari pembentukan PCC dapat dilakukan dengan hasil sintesis HA sebesar 74,55%. Pada penelitian ini, CaO dari udang *papai* tidak digunakan secara langsung dalam sintesis HA, tapi sebagai bahan dasar untuk membentuk PCC (*Precipitated Calcium Carbonate*).

4.2 Hasil Karakterisasi PCC

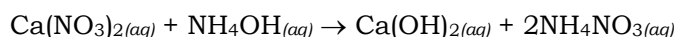
Precipitated Calcium Carbonate (PCC) adalah jenis kalsium karbonat (CaCO₃) yang telah mengalami proses rekarbonisasi. CaCO₃ merupakan suatu polimorf. Polimorf adalah sifat material yang mempunyai lebih dari satu bentuk kristalin. Bentuk kristal dari PCC adalah *calcite*, ini merupakan jenis CaCO₃ yang paling stabil (Kasmudjiastuti & Yuniari, 2012). Sintesis hidroksiapatit dengan melalui pembentukan PCC terlebih dahulu akan memberikan hasil yang lebih baik.

**Gambar 9.** Struktur 3D dari PCC

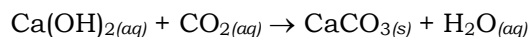
Pada penelitian ini untuk membentuk PCC, bahan dasar yang digunakan adalah CaO yang terbentuk dari hasil kalsinasi. PCC dibentuk dengan beberapa tahapan. Pertama, CaO ditambahkan larutan HNO₃ dengan perbandingan 17 g/300 mL. Campuran dilakukan homogenisasi menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dan dipanaskan dengan *hot plate* pada suhu 60 °C. Selanjutnya, campuran dipisahkan antara filtrat dan residu.



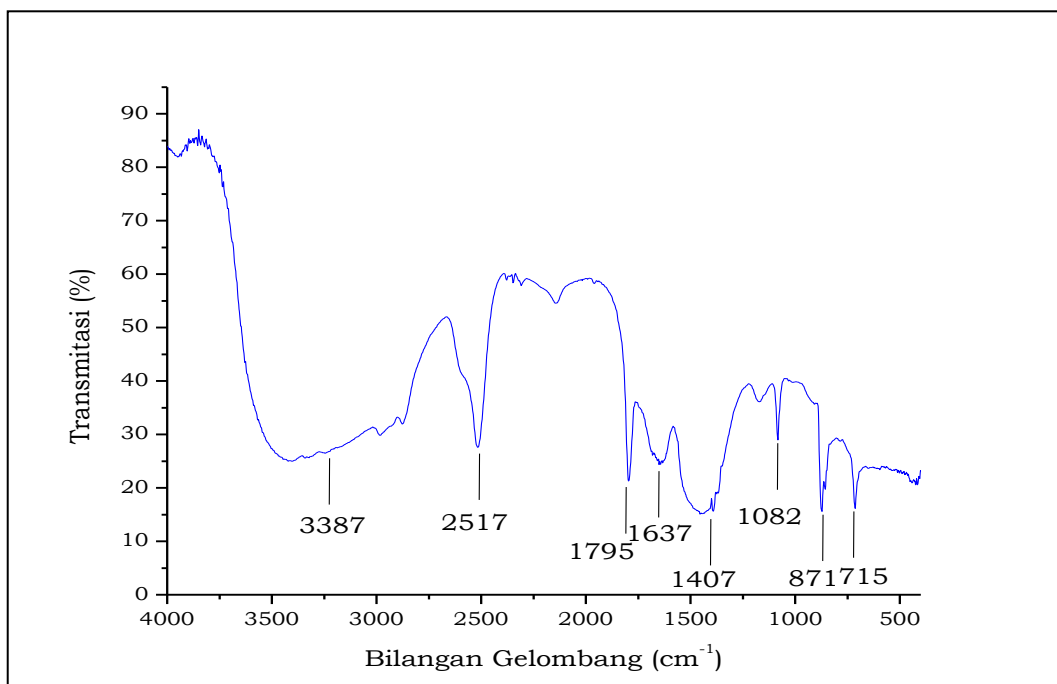
Ca(NO₃)₂ yang dihasilkan ditambahkan larutan NH₄OH secara perlahan hingga pH mencapai 12. Setelah itu, dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat dan endapan.



Tahap terakhir yaitu, Ca(OH)₂ dialirkan gas CO₂ secara perlahan hingga pH 8. Gas CO₂ dibuat dengan mereaksikan antara soda kue (NaHCO₃) dan asam sitrat (C₆H₈O₇) komersil. Setelah dibiarkan beberapa detik hingga gas tepat habis mengalir maka akan terbentuk endapan putih. Endapan inilah yang disebut dengan PCC.

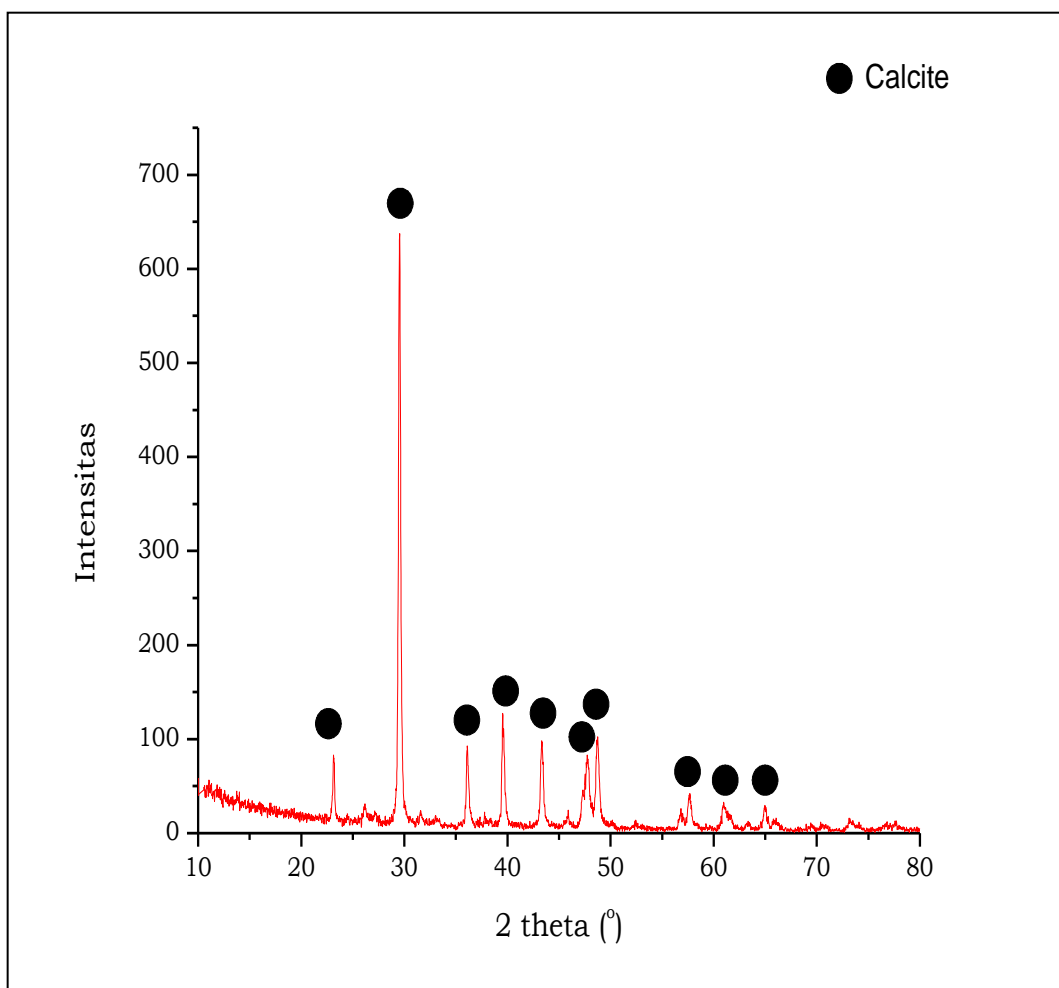


Kemudian endapan disaring agar terpisah dari larutannya. Lalu endapan dicuci dengan akuades hingga pH 7. Endapan yang telah dicuci tersebut dikeringkan menggunakan oven untuk menghilangkan molekul air agar PCC lebih murni. Endapan yang telah dikeringkan akan di analisis menggunakan FTIR dan XRD yang tersaji pada Gambar 10 dan Gambar 11.



Gambar 10. Spektrum FTIR Hasil Karakterisasi Endapan PCC

Gambar 10., memperlihatkan spektrum FTIR mengandung gugus hidroksil (OH⁻) yang ditemukan pada bilangan gelombang 3387 cm⁻¹. Selain itu, ditemukan pula gugus hidroksil lain pada bilangan gelombang 2517 cm⁻¹. Gugus hidroksil yang ditemukan pada PCC ini dicurigai sebagai penanda masih terkandungnya molekul air pada produk. Hal ini terjadi karena teknik penyimpanan sampel yang kurang baik sebelum karakterisasi dilakukan, sehingga masih terdapat molekul air pada PCC. Sementara itu, pada bilangan gelombang 1637 cm⁻¹ dan 1407 cm⁻¹ (peregangan asimetri) (Widayat et al., 2020), 1082 cm⁻¹ (peregangan simetri) serta 871 dan 715 cm⁻¹ (penyerapan ulur) yang telah dilaporkan sebagai karakteristik dari ion karbonat dan teruntuk bilangan gelombang 871 dan 715 cm⁻¹ merupakan penanda fasa kalsit (Cai et al., 2010). Selain itu, ditemukan pula gugus lain seperti C=O yang teridentifikasi pada bilangan gelombang 1795 cm⁻¹ (Guo dan Lin, 2014).



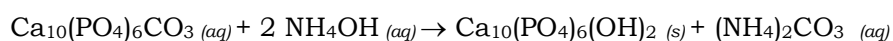
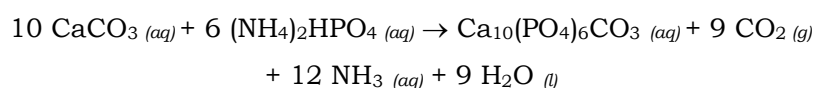
Gambar 11. Difraktogram XRD dari senyawa PCC

Hasil analisis PCC pada Gambar 11., memperlihatkan puncak dari senyawa CaCO₃ berupa fasa *calcite*. Hal ini didukung berdasarkan hasil

identifikasi menggunakan *Match!* 3 dengan standar 96-900-9668, teridentifikasi bahwa senyawa CaCO_3 yang terbentuk dominan adalah fasa *calcite* dengan puncak pada sudut 2θ : $23,26^\circ$, $29,59^\circ$, $36,08^\circ$, $39,68^\circ$, $43,31^\circ$, $47,71^\circ$, $48,74^\circ$, $57,93^\circ$, $61,06^\circ$ dan $65,06^\circ$. Produk PCC yang diperoleh ini akan dibandingkan dengan data standar dari pola XRD senyawa *calcite* yaitu JCPDS 47-1743 (Zhou et al., 2014). Tiga puncak tertinggi dari PCC hasil produk yaitu $29,59^\circ$, $36,08^\circ$, $39,68^\circ$ menunjukkan nilai hkl 104, 110 dan 113, nilai ini sesuai seperti nilai hkl standar dari *calcite* (Render et al., 2016).

4.3 Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit

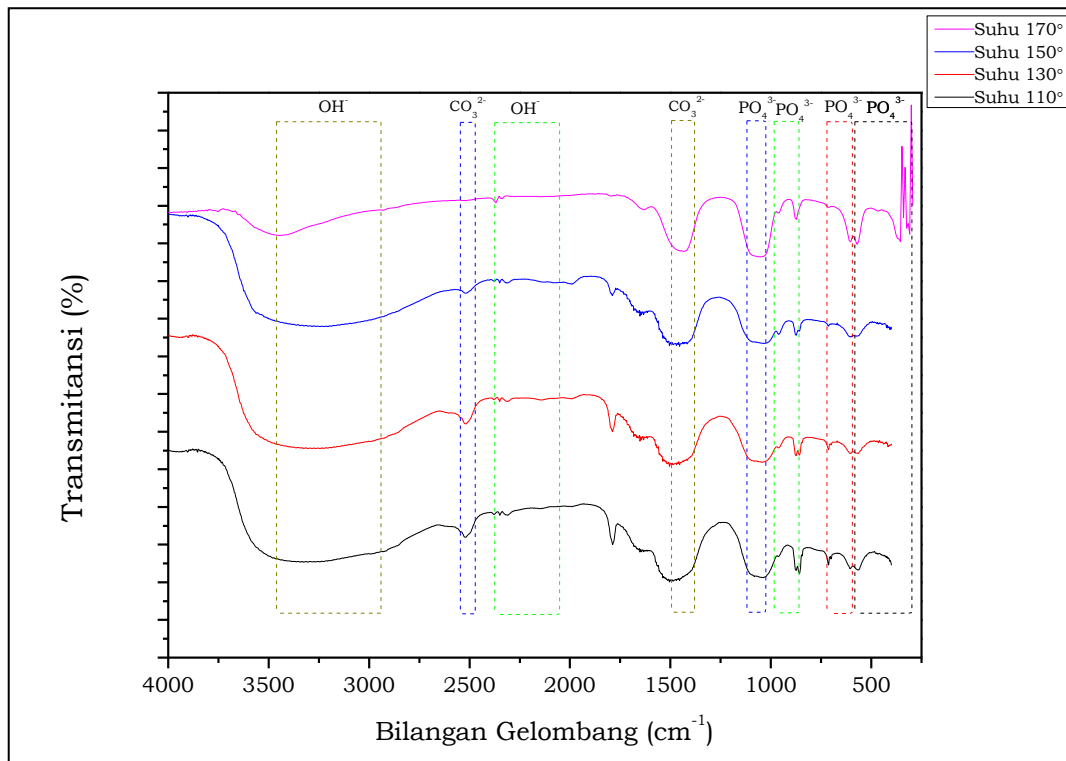
Pada penelitian untuk membentuk senyawa kalsium fosfat seperti hidroksiapatit, prekursor sebagai sumber fosfat menggunakan kristal $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Kristal $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber fosfat dan bubuk PCC sebagai sumber kalsium, untuk mencampurkan kedua senyawa, maka masing-masing akan dilarutkan dengan akuades 100 ml, hal ini sebagai syarat utama dalam proses sintesis hidrotermal berlangsung. Lalu ketika kedua larutan telah homogen, akan diatur pH dari larutan hingga 11 menggunakan larutan NH_4OH 32%, karena untuk menghasilkan hidroksiapatit, sifat senyawa diperlukan berada pada kondisi basa dan penggunaan dari NH_4OH akan memberikan hasil yang optimal dibandingkan dengan larutan basa yang lain. Proses sintesis dilakukan menggunakan berbagai variasi suhu yaitu 110, 130, 150 dan 170°C dengan waktu reaksi 8 jam pemanasan di dalam oven serta menggunakan rasio Ca/P 1,73. Reaksi pembentukan hidroksiapatit pada penelitian ini yaitu:



Setelah sintesis telah selesai dilakukan, produk akan dicuci menggunakan akuades sampai pH filtrat 7, sehingga diharapkan zat lain sebagai pengotor terlarut. Selanjutnya bubuk HA yang telah dihasilkan tersebut akan dikeringkan pada suhu 110°C untuk menghilangkan molekul air yang masih berada pada bubuk setelah pencucian berlangsung. Tahap terakhir akan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan instrumentasi FTIR, SEM dan XRD.

Senyawa golongan apatit seperti halnya hidroksiapatit adalah senyawa yang tersusun oleh gugus fungsi OH^- dan PO_4^{3-} . Untuk mengidentifikasi gugus fungsi OH^- dan PO_4^{3-} dilakukan analisis menggunakan spektroskopi FTIR dengan membandingkan dari berbagai referensi. Analisis spektrum FTIR dilakukan pada bilangan gelombang dari $4000\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$. Hal ini karena gugus fungsi

hidroksiapatit banyak ditemukan pada bilangan gelombang tersebut. Hasil analisis spektrum FTIR disajikan pada Gambar 12., dan analisis terhadap puncak-puncak serapannya disajikan pada Tabel 3.



Gambar 12. Spektra FTIR Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit Sintesis

Tabel 3. Hasil Bilangan Gelombang dari Spektrum FTIR

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)				Gugus fungsi
Suhu 110 °C	Suhu 130 °C	Suhu 150 °C	Suhu 170 °C	
570	570	570	570	PO ₄ ³⁻ (simetri bending)
603 dan 713	603 dan 713	603 dan 713	603 dan 713	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
875 dan 962	875 dan 962	875 dan 962	875 dan 962	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
1041	1041	1035	1049	PO ₄ ³⁻ (asimetri stretching)
1454	1396	1404	1427	CO ₃ ²⁻
2137, 2368 dan 2520	2137, 2368 dan 2520	2137, 2368 dan 2520	2137, 2368 dan 2520	OH ⁻ (H ₂ O)
2929, 2991 dan 3442	2918, 2991 dan 3442	2933, 2991 dan 3442	2931 dan 3442	OH ⁻

Gugus hidroksil (OH⁻) biasanya muncul pada rentang bilangan gelombang 2900-3700 cm⁻¹ (Khoo et al., 2015), karena bilangan gelombang tersebut

merupakan pita khas dari gugus tersebut, dengan bentuk yang lebar dan kuat. Analisis dari Gambar 12. dan Tabel 3., diketahui bahwa gugus fungsi hidroksil (OH^-) terdeteksi muncul pada bilangan gelombang 2918, 2929, 2931, 2933, 2991, dan 3442 cm^{-1} , yang mana pita tersebut merupakan pita khas untuk OH^- dari hidroksiapatit (Puspita & Cahyaningrum, 2017). Pita ini merupakan pita yang paling lebar karena adanya peregangan pada gugus hidroksil. Terdeteksinya gugus hidroksil ini menjadi tolak ukur awal bahwasanya hidroksiapatit dalam penelitian ini terbentuk pada setiap variasi suhu.

Namun, ditemukan pula gugus OH^- pada rentang bilangan gelombang berbeda yaitu pada 2075, 2137, 2310, 2368 dan 2520 cm^{-1} . Setelah dilakukan identifikasi spektrum, bilangan gelombang ini menunjukkan bahwa gugus hidroksil berasal dari molekul air (Castro et al., 2020). Pada suhu 110, 130 dan $150\text{ }^\circ\text{C}$ bilangan gelombang ditemukan pada 2310 cm^{-1} , sedangkan pada suhu $170\text{ }^\circ\text{C}$ ditemukan pada 2368 cm^{-1} , hal ini terjadi karena pengaruh ikatan hidrogen, sehingga ikatan O-H semakin panjang yang menyebabkan terjadinya pergeseran ke kanan terhadap bilangan gelombang. Gugus OH^- yang diketahui sebagai molekul air ini, dicurigai ada karena proses pencucian, sehingga dapat disimpulkan sampel belum kering secara optimum. Selain itu, teridentifikasinya molekul air ini dapat terjadi karena hidroksiapatit yang bersifat higroskopis dan juga karena proses penyimpanan zat tidak terbebas dari udara luar, yang mana molekul air di udara diserap oleh hidroksiapatit.

Gugus fungsi PO_4^{3-} ditemukan pada rentang bilangan gelombang 480- 1050 cm^{-1} (Fadli et al., 2014). Hasil analisis spektrum FTIR menunjukkan bahwa gugus PO_4^{3-} ditandai dengan pita yang kuat dan tajam. Hal ini disebabkan karena semakin banyak jumlah fosfat yang direaksikan untuk membentuk HA, maka semakin banyak pula gugus yang terbentuk. Hasil spektrum FTIR akan memperlihatkan puncak absorbansi terhadap gugus fosfat (PO_4^{3-}) ditunjukkan pada serapan bilangan gelombangnya.

Komponen anorganik dari senyawa hidroksiapatit dapat dilihat dari gugus fosfat yang merupakan salah satu komponen penting untuk tulang (Ryu et al., 2019). Gugus fungsi untuk ion fosfat merupakan gugus yang mempunyai puncak bilangan gelombang paling tajam dalam senyawa hidroksiapatit (Azis et al., 2015). Berdasarkan data hasil pengamatan spektrum FTIR, gugus fungsi PO_4^{3-} pertama kali teridentifikasi pada bilangan gelombang 570 cm^{-1} yang merupakan vibrasi tekuk simetri, sedangkan vibrasi tekuk asimetri ditemukan pada bilangan gelombang 603 dan 713 cm^{-1} . Selain itu, ditemukan pula vibrasi ulur simetri pada bilangan gelombang 875 dan 962 cm^{-1} dan untuk vibrasi ulur asimetri terdeteksi pada bilangan gelombang 1035, 1041 dan 1049 cm^{-1} (Ergüt et al., 2019).

Semakin tinggi suhu ketika sintesis berlangsung, maka puncak dari gugus PO_4^{3-} akan semakin tajam pula. Ini dapat terlihat dari spektrum, untuk hasil sintesis pada suhu yang lebih kecil intensitas puncak dari PO_4^{3-} lebar dan semakin tinggi suhu yaitu pada suhu 170°C menunjukkan ketajaman pita semakin bertambah. Hal ini mengindikasikan bahwa pertumbuhan kristalinitas dari HA akan semakin baik pula. Material keramik dengan tingkat kristalinitas yang baik akan sebanding dengan kualitas hidroksiapatit. Sama halnya dengan gugus hidroksil, terdeteksinya gugus fosfat semakin menguatkan indikasi bahwa hidroksiapatit terbentuk untuk setiap variasi suhu.

Hasil analisis spektra FTIR dari setiap variasi memperlihatkan bahwa ada gugus fungsi lain yang seharusnya tidak berada pada hidroksiapatit murni yang diinginkan. Gugus tersebut adalah ion karbonat (CO_3^{2-}), pada bilangan gelombang 1396, 1404, 1427 dan 1454 cm^{-1} yang mana biasanya ditemukan pada rentang bilangan gelombang $1390\text{--}1630\text{ cm}^{-1}$ (Widayat et al., 2020). Gugus CO_3^{2-} tersebut dikarenakan terjadinya reaksi antara CO_2 dalam atmosfer *vessel* dengan prekursor pembentuk hidroksiapatit selama sintesis berlangsung akibat dari perlakuan panas (Sulistyawati & Siregar, 2019). Karbon dioksida (CO_2) akan berinteraksi dengan akuades sebagai pelarut dalam proses sintesis, sehingga menghasilkan anion karbonat (CO_3^{2-}) dan tercampur ke dalam kisi kristal HA hasil sintesis. Adanya gugus hidroksil dan fosfat menjadi indikasi bahwa telah terbentuk fasa hidroksiapatit dengan baik, sedangkan keberadaan gugus CO_3^{2-} ini berada pada intensitas cukup yang kecil, namun kemungkinan terbentuk fase amorf pada hasil sintesis akan terjadi.

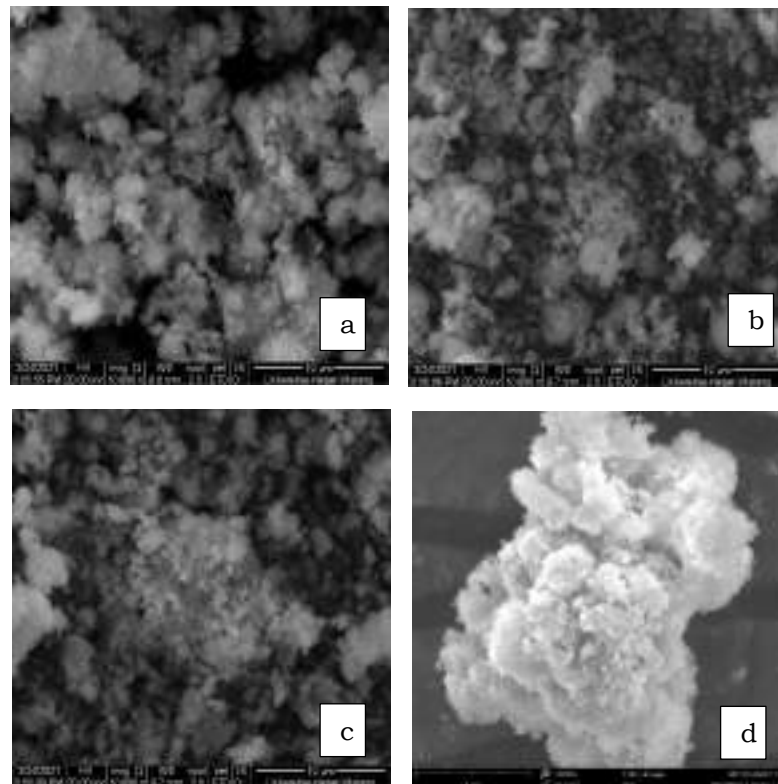
Kuantitas dari gugus karbonat pada hidroksiapatit hasil sintesis dapat diperkirakan dari intensitas pita yang dihasilkan. Ion karbonat dengan intensitas yang tinggi, menandakan terdapat karbonat berada dalam kadar besar. Namun, dalam penelitian ini CO_3^{2-} yang diperoleh berada dalam kadar kecil, ini terlihat dari spektrum FTIR.

Keberadaan ion karbonat pada hasil penelitian ini dapat dianggap tidak baik, hal ini karena akan mengurangi kestabilan *thermal* sistem kristal dari hidroksiapatit murni yang diinginkan dalam hipotesis, sehingga seharusnya keberadaan gugus fungsi ini perlu untuk dihilangkan pada saat sintesis berlangsung. Namun pula, terdapatnya ion karbonat dalam hasil sintesis yang diperoleh tidak dapat dihindarkan selama dalam proses sintesis HA dilakukan pada ruangan dengan udara terbuka (Gomes et al., 2008).

Pada umumnya gugus karbonat yang ditemukan pada kristal HA hasil sintesis akan menggantikan ion hidroksil (OH^-) atau fosfat (PO_4^{3-}). Hal ini akan menghasilkan HA dengan tipe yang berbeda dari yang diinginkan. Karbonat yang

menggantikan gugus OH^- akan menghasilkan hidroksiapatit karbonat tipe A, yaitu $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$, selain itu dapat membentuk pula hidroksiapatit karbonat tipe B, yaitu $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3(\text{CO}_3)_3(\text{OH})_2$ (Henggu et al., 2019).

Uji untuk morfologi pada penelitian ini menggunakan *scanning electron microscop* (SEM). Hasil uji SEM dari setiap variasi untuk data perbandingannya menggunakan perbesaran 10.000x yang telah disajikan pada Gambar 13.

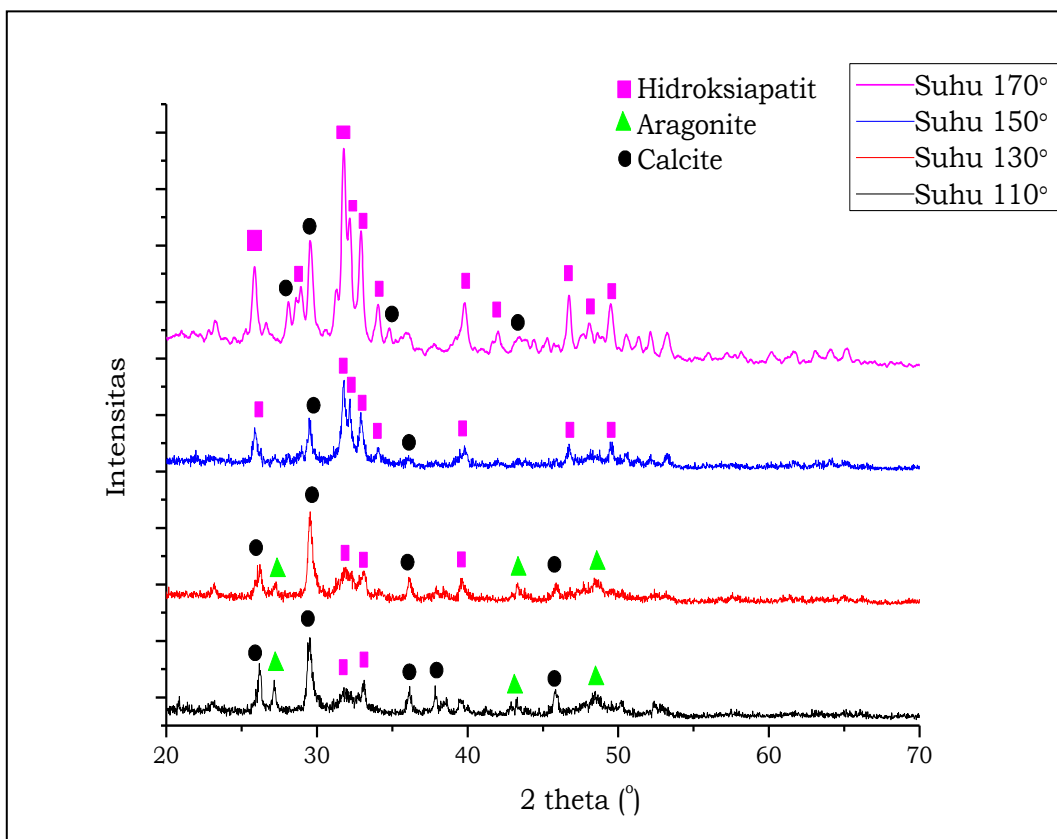


Gambar 13. Morfologi Permukaan Luar Hidroksiapatit Untuk Citra SEM perbesaran 10.000X Hasil Sintesis Pada Suhu 110 °C (a), 130 °C (b), 150 °C (c) dan 170 °C (d)

Pengamatan morfologi hasil sintesis pada Gambar 13., menggunakan perbesaran 10.000X, untuk semua variasi suhu dalam identifikasinya mengalami sedikit kendala karena partikel membentuk gumpalan, hal ini menunjukkan bahwa produk mengalami aglomerasi partikel (Parhi et al., 2006). Aglomerasi partikel merupakan pembentukan kumpulan partikel yang terjadi karena reaksi zat cair dalam membentuk padatan atau kristal oleh pengaruh suhu tinggi, sehingga menyebabkan terjadinya destabilitas (ketidakstabilan) senyawa (Venkatesan et al., 2011). Penampakan produk HA hasil sintesis menunjukkan aglomerasi terjadi dengan karakteristik partikel tunggal yang cenderung berbentuk seperti bola. Temperatur selama sintesis akan mempengaruhi terhadap morfologi dari produk HA yang dihasilkan. Akan tetapi pengaruh dari variasi suhu ini tidak begitu

banyak untuk dijelaskan karena adanya aglomerat terhadap partikel HA yang diperoleh (Sunil & Jagannatham, 2016). Namun pada temperatur yang semakin tinggi, morfologi terlihat lebih tampak jelas.

Pada penelitian ini, analisis difraksi sinar-X (XRD) dibutuhkan untuk mengidentifikasi fasa yang terdapat pada suatu senyawa serta menentukan ukuran kristal dari produk yang dihasilkan. Program yang digunakan untuk menganalisis data XRD pada penelitian ini menggunakan *OriginLab 8.5* dan *Match! 3*. Analisis XRD untuk pengaruh variasi suhu terhadap produk HA hasil sintesis merujuk pada data-data yang diperoleh sebelumnya seperti FTIR dan SEM. Hasil analisis difraktogram dapat teramati bahwa pengaruh suhu erat kaitannya dengan tingkat kristalinitas dari produk hasil sintesis. Dari analisis tersebut diperoleh bahwa difraktogram produk mempunyai profil yang mirip seperti yang diperoleh oleh beberapa peneliti. Difraktogram XRD untuk senyawa hasil sintesis diajikan pada Gambar 14.



Gambar 14. Difraktogram Hasil Sintesis

Analisis pola difraksi sinar-X dan identifikasi fasa produk hasil sintesis yaitu pada sudut 2θ 10–80°. Hasil identifikasi dari Gambar 14., menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan pada penelitian ini terdiri dari dua fasa material, yaitu fasa hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) dan senyawa pengotor yaitu fasa karbonat (CaCO_3) dalam bentuk *aragonite* dan *calcite*. Pembentukan HA dicirikan

oleh puncak yang berada pada sekitar sudut 2θ 21–49° (Herliansyah et al., 2009). Hasil analisis difraktogram untuk setiap variabel menunjukkan bahwa hidroksiapatit terbentuk mendekati data standar JCPDS 9-432. Data standar JCPDS tersaji pada Tabel 4.

Tabel 4. Data Standar JCPDS 9-432

2θ	d	h	k	l
21,819	4,0701	2	0	0
22,902	3,8800	1	1	1
25,354	3,5101	2	0	1
25,879	3,4400	0	0	2
28,126	3,1701	1	0	2
28,966	3,0801	2	1	0
31,773	2,8141	2	1	1
32,196	2,7780	1	1	2
32,902	2,7200	3	0	0
34,048	2,6311	2	0	2
35,48	2,5281	3	0	1
39,204	2,2961	2	1	2
39,818	2,2621	3	1	0
42,029	2,1481	3	1	1
43,804	2,0650	1	1	3
45,305	2,0000	2	0	3
46,711	1,9431	2	2	2
48,103	1,8900	3	1	2
48,623	1,8710	3	2	0
49,468	1,8410	2	1	3

Sebagai contoh, pada data untuk suhu 110 °C ditemukan 2θ pada sudut 31,887° dengan nilai hkl 211, lalu pada suhu 130 °C ditemukan 2θ pada sudut 31,805° dengan nilai hkl 211, pada suhu 150 °C ditemukan 2θ pada sudut 31,794° dengan nilai hkl 211 dan pada suhu 170 °C ditemukan 2θ pada sudut 31,815° dengan nilai hkl 211. Dari hasil analisis XRD yang dilakukan untuk semua variasi diketahui bahwa terjadi perubahan terhadap intensitas dari puncak difraktogram (Hokmabad et al., 2019). Hasil tersebut dapat dijelaskan, karena semakin meningkatnya suhu sintesis, maka ukuran diameter kristal yang diperoleh semakin kecil. Berdasarkan data difraktogram puncak HA yang tertinggi berada pada suhu sintesis 150 °C ditunjukkan pada sudut 2θ 31,794°.

Analisis difraktogram produk selain menggunakan *OriginLab* 8.5 juga dilakukan dengan menggunakan program *Match!* 3. Hasil analisis menunjukkan untuk setiap variasi terbentuk senyawa hidroksiapatit (Lampiran 7). Namun, selain fasa HA, teridentifikasi pula senyawa lain yang tidak diinginkan pada hasil atau bisa disebut dengan pengotor, yaitu CaCO_3 untuk fase kristal *aragonite* dan *calcite*. Identifikasi memperlihatkan jika semakin tinggi suhu diketahui bahwa puncak akan mulai lebih menyempit, hal ini menandakan kristalinitas dari produk mulai naik (Dey et al., 2014).

Analisis menggunakan *Match!* 3 memberikan hasil persentase dari setiap kandungan pada produk hasil sintesis. Pengamatan persentase pada program ini menggunakan data standar 96-900-2217 untuk HA, 96-900-9668 untuk *calcite* dan 96-901-4839 untuk *aragonite*. Pada suhu 110 °C diketahui persentase kandungan produk hasil sintesis HA sekitar 27,7%, *calcite* sekitar 32% dan *aragonite* sekitar 40,4%. Untuk suhu sintesis 130 °C diketahui persentase kandungan produk hasil sintesis HA sekitar 39,1%, *calcite* sekitar 34,5% dan *aragonite* sekitar 26,4%. Sedangkan mulai pada suhu 150 °C diketahui fasa *aragonite* telah tidak ditemukan lagi pada hasil sintesis dengan persentase kandungan produk hasil sintesis HA sekitar 88% dan *calcite* sekitar 12%. Pada suhu 170 °C diketahui persentase kandungan produk hasil sintesis menurun dengan perolehan HA hanya sekitar 77,1% dan *calcite* sekitar 22,9%.

Dari data analisis XRD, dapat ditentukan ukuran kristal dan derajat kristanilitas hidroksiapatit hasil sintesis. Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan pada setiap variasi terlihat perbedaan pada FWHM (*Full Weight Half Maximum*) yang mengindikasikan terdapatnya perbedaan untuk ukuran kristal dan derajat kristalinitasnya. Pada suhu 110 °C memiliki ukuran kristal 10,827 nm dengan derajat kristanilitas sebesar 7,189%. Pada suhu 130 °C memiliki ukuran diameter kristal 14,032 nm dengan derajat kristanilitas sebesar 11,927%. Sementara itu pada suhu 150 °C memiliki ukuran diameter kristal 55,033 nm dengan derajat kristanilitas sebesar 27,299%. Sedangkan pada suhu 170 °C terjadi penurunan dengan ukuran kristal yaitu pada 18,025 nm dan derajat kristanilitas sebesar 21,721%.

Hasil analisis untuk struktur hidroksiapatit dengan menggunakan program *Match!* 3 menunjukkan bahwa struktur kristal berupa heksagonal (Fadli et al., 2014). Selain hidroksiapatit, fase kristal yang menunjukkan senyawa CaCO_3 ditemukan pada difraktogram berarti menandakan bahwa selama sintesis berlangsung, senyawa CaCO_3 belum bereaksi secara sempurna. Sehingga, hal ini juga menguatkan data FTIR yang telah di analisis sebelumnya karena ditemukannya gugus CO_3^{2-} (Kuriakose et al., 2004). Dari data analisis tersebut

disimpulkan bahwa semakin meningkatnya suhu, maka produk yang dihasilkan kualitasnya akan meningkat pula. Hal ini juga semakin diperjelas dari persentase efisiensi produk yang diperoleh (Lampiran 3). Dari penimbangan untuk setiap produk yang dihasilkan terjadi penurunan massa saat suhu sintesis dinaikkan, sehingga efisiensi juga menurun, hal ini terjadi karena PCC semakin bereaksi dengan campuran dan akan semakin meningkatkan persentase terbentuknya hidroksiapatit. Namun, suhu yang terlalu tinggi juga akan dapat mengganggu pembentukan dari produk. Sehingga suhu 150 °C merupakan suhu paling optimal dalam pembentukan hidroksiapatit dalam penelitian ini.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Kesimpulan dari penelitian ini diketahui bahwa suhu sintesis terbaik diperoleh pada suhu 150 °C. Suhu yang lebih rendah seperti 110 dan 130 °C akan menghasilkan hidroksiapatit dengan kualitas kurang baik dan kuantitasnya juga semakin menurun. Sedangkan untuk suhu yang lebih tinggi yaitu 170 °C, hidroksiapatit yang dihasilkan akan mengalami penurunan kualitas kristal.
2. Hasil analisis pada berbagai karakterisasi menunjukkan bahwa senyawa hidroksiapatit terbentuk. Spektrum FTIR menyajikan data bahwa gugus fungsi yang teridentifikasi dominan adalah OH⁻ dan PO₄³⁻, yang merupakan gugus utama pembentuk HA. Namun juga ditemukan gugus lain berupa CO₃²⁻ sebagai gugus pengotor. Data FTIR juga diperkuat dari hasil difraktogram XRD hasil sintesis, bahwa setiap variasi membentuk HA dan ditemukannya CaCO₃ karena prekursor untuk sintesis yaitu PCC masih belum bereaksi secara sempurna. Sedangkan data SEM menunjukkan jika HA yang diperoleh dari metode hidrotermal saat sintesis, kristalnya akan membentuk aglomerasi, namun semakin tinggi suhu, maka aglomerasi semakin berkurang. Dari setiap hasil karakterisasi, menguatkan fakta bahwa suhu optimal dalam penelitian ini adalah 150 °C.

5.2 Saran

1. Penelitian dapat dijadikan acuan bagi yang ingin melakukan sintesis hidroksiapatit dengan metode hidrotermal yang sumber kalsiumnya berasal dari hewan laut dengan memanfaatkan data yang telah tersedia dari hasil penelitian.
2. Bagi penulis, tulisan pada tugas akhir yang telah disusun ini dapat dijadikan pedoman dalam menulis karya ilmiah lain.
3. Untuk senyawa hidroksiapatit yang bersifat higroskopis, apabila peneliti ingin memperoleh hasil terbaik dalam data karakterisasinya, diusahakan untuk menyimpan HA pada tempat yang sulit untuk berinteraksi dengan udara lingkungan, seperti desikator. Apabila HA bereaksi dengan lingkungan, maka HA akan menyerap molekul air di udara. Selain itu, apabila sampel tidak langsung diujikan untuk karakterisasi, simpan sampel di botol *vial* agar kontak sampel dengan udara luar dapat diminimalisir.

DAFTAR PUSTAKA

- Amri, M. K., Y. Aziz dan Komalasari. 2019. "Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Terumbu Karang Melalui Proses Hidrotermal dengan Variasi Rasio Ca/P dan pH Reaksi". *JOM FTEKNIK*. Vol 6 (1): 1-7.
- Anggo, A. D., F. Swastawati, W. F. Ma'ruf dan L. Rianigsih. 2014. "Mutu Organoleptik dan Kimiawi Terasi Udang Rebon Dengan Kadar Garam Berbeda dan Lama Fermentasi". *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. Vol 17 (1) : 53-59.
- Anwar, A. J. 2018. "Studi Mutu Petis Udang Rebon (*Acetes erythraeus*) dengan Penambahan Jumlah Garam Yang Berbeda". *Skripsi*. Universitas Riau: Pekanbaru.
- Aprini, R. 2018. "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Gabus (*Channa striata*) dan Pengaruh Penambahan Kitosan Terhadap Sifat Mekanik Hidroksiapatit". *Skripsi*. Universitas Sriwijaya: Palembang.
- Azis, Y., N. Jamarun, S. Arif and A. Nur. 2015. "Facile Synthesis of Hydroxyapatite Particles from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hydrothermal Method". *Oriental Journal Of Chemistry*. Vol 31 (2): 1099-1105.
- Cai, G. B., S. F. Chen, L. Liu, J. Jiang, H. B. Yao, A. W. Xu and S. H. Yu. 2010. 1,3-Diamino-2-hydroxypropane-N,N,N',N'-tetraacetic acid stabilized amorphous calcium carbonate: Nucleation, transformation and crystal growth. *CrystEngComm*. 12(1): 234-241.
- Castro, M. A. M., T. P. Oliveira, G. S. Correia, M. M. Oliveira, J. H. G. Rangel, S. F. Rodrigues and J. M. R. Mercury. 2020. Synthesis of hydroxyapatite by hydrothermal and microwave irradiation methods from biogenic calcium source varying pH and synthesis time. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*: 1-7.
- Chandraekar, A., S. Sagadevan and A. Dakshnamoorthy. 2013. "Synthesis and characterization of nano-hydroxyapatite (n-HAP) using the wet chemical technique". *International Journal of Physical Sciences*. Vol 8 (32): 1639-1645.
- Day, R. A. dan A. L. Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Erlangga. Jakarta.
- Dey, S., M. Das and V. K. Balla. 2014. Effect of hydroxyapatite particle size, morphology and crystallinity on proliferation of colon cancer HCT116 cells. *Materials Science and Engineering C*. 39(1): 336-339.
- Ergüt, M., D. Uzunoglu and A. Özer. 2019. Efficient decolourization of malachite green with biosynthesized iron oxide nanoparticles loaded carbonated hydroxyapatite as a reusable heterogeneous Fenton-like catalyst. *Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering*. 54(8): 786-800.
- Fadli, A., F. Akbar, P. Putri, D. I. Pratiwi and I. Muhara. 2014. Hydroxyapatite Powder Prepared by Low Temperature Hydrothermal Method from Sea Shells. *The 1st Conference on Ocean, Mechanical and Aerospace -Science*. 24-29.

- Fa'ida, N. Y. 2014. "Kajian Komposisi Hidroksiapatit yang di Sintesis dengan Metode Hidrotermal". *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor: Bogor.
- Gomes, J. F., C. C. Granadeiro, M. A. Silva, M. Hoyos, R. Silva and T. Vieira. 2008. An investigation of the synthesis parameters of the reaction of hydroxyapatite precipitation in aqueous media. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*. 6: 1-15.
- Guo, Z. and Lin, Q. 2014. Coupling reaction of CO₂ and propylene oxide catalyzed by DMC with co-complexing agents incorporated via ball milling. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 390: 63-68.
- Haries, Y. 2015. "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Gypsum Kedokteran Gigi Tipe III". *Skripsi*. Universitas Jember: Jember.
- Henggu, K. U., B. Ibrahim dan P. Suptijah. 2019. "Hidroksiapatit dari Cangkang Sotong sebagai Sedian Biomaterial Peracah Tulang". *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. Vol 22 (1): 1-13.
- Herawati, L. 2014. "Sintesis Nano Hidroksiapatit dari Cangkang Tutut (*Bellamya javanica*) dengan Metode Presipitasi dan Hidrotermal". *Tesis*. Institut Pertanian Bogor: Bogor.
- Herliansyah, M. K., M. Hamdi, A. Ide-Ektessabi, M. W. Wildan and J. A. Toque. 2009. The influence of sintering temperature on the properties of compacted bovine hydroxyapatite. *Materials Science and Engineering C*. 29(5): 1674-1680.
- Hokmabad, V. R., S. Davaran, M. Aghazadeh, R. Rahbarghazi, R. Salehi and A. Ramazani. 2019. Fabrication and characterization of novel ethyl cellulose-grafted-poly (ϵ -caprolactone)/alginate nanofibrous/macroporous scaffolds incorporated with nano-hydroxyapatite for bone tissue engineering. *Journal of Biomaterials Applications*. 33(8): 1128-1144.
- Kasmudjiastuti, E. dan A. Yuniari. 2012. Pengaruh filler PCC (precipitated calcium carbonate) terhadap sifat mekanik, elektrik, termal dan morfologi dari komposit HDPE/PCC. *Majalah Kulit, Karet, Dan Plastik*. 28(1): 35-43.
- Khoo, W., F. M. Nor, H. Ardhyanta and D. Kurniawan. 2015. Preparation of Natural Hydroxyapatite from Bovine Femur Bones Using Calcination at Various Temperatures. *Procedia Manufacturing*. 2: 196-201.
- Kuriakose, T. A., S. N. Kalkura, M. Palanichamy, D. Arivuoli, K. Dierks, G. Bocelli and C. Betzel. 2004. Synthesis of stoichiometric nano crystalline hydroxyapatite by ethanol-based sol-gel technique at low temperature. *Journal of Crystal Growth*. 263(4), 517-523.
- Mardiyati, S. dan Amruddin. 2017. "IBM Kelompok Wanita Nelayan Pengolah Udang Rebon di Kecamatan Ma'rang Kabupaten Pangkep". *Jurnal Dedikasi*. Vol 14 (2): 59-64.
- Mawadara, P. A., M. Mozartha dan Trisnawaty. 2016. "Pengaruh Penambahan Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Ayam Terhadap Kekerasan Permukaan GIC". *Jurnal material kedokteran gigi*. Vol 2 (5): 8-14.
- Mohamed, M., N. A. Rashidi, S. Yusup, L. K. Teong, U. Rashid and R. M. Ali. 2012. Effects of experimental variables on conversion of cockle shell to calcium oxide using thermal gravimetric analysis. *Journal of Cleaner Production*. 37: 394-397.
- Ningsih, S. K. W. 2016. *Sintesis Anorganik*. UNP Press. Padang.
- Nordin, N., Z. Hamzah, O. Hashim, F. H. Kasim dan R. Abdullah. 2015. Kesan suhu dalam proses pengkalsinan kulit kerang. *Malaysian Journal of*

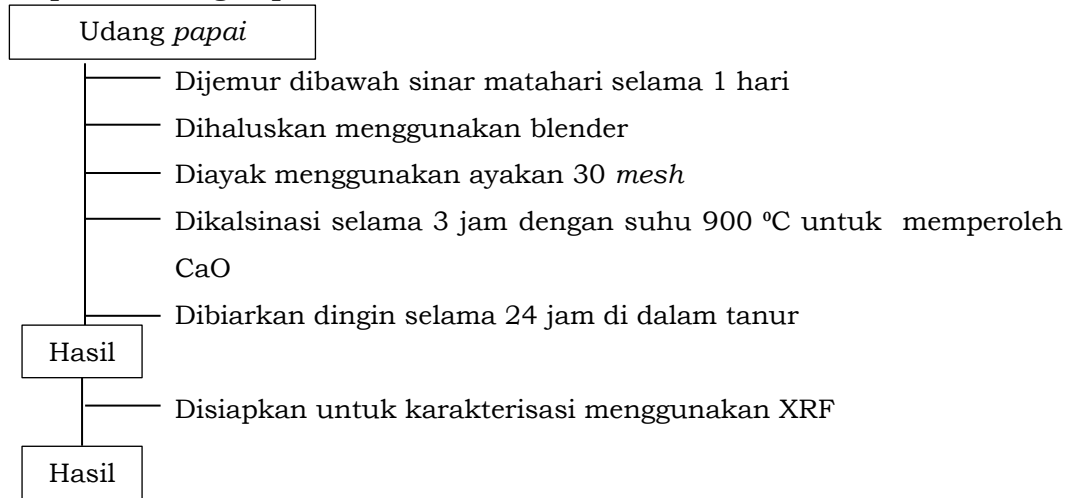
Analytical Sciences. 19(1): 65–70.

- Noviyanti, A. R., Haryono, R. Pandu dan D. R. Eddy. 2017. “Cangkang Telur Ayam sebagai Sumber Kalsium dalam Pembuatan Hidroksiapatit untuk Aplikasi Graft Tulang”. *Jurnal Chimica et Natura Acta*. Vol 5 (3): 107-111.
- Parhi, P., A. Ramanan and A. R. Ray. (2006). Hydrothermal Synthesis of nanocrystalline powders of alkaline-earth hydroxyapatites, $A_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ($A = Ca, Sr$ and Ba). *Journal of Materials Science*. 41(5): 1455–1458.
- Prabaningtyas, R. Aj. M. S. 2015. “Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (PT Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintetis Menggunakan X-Ray Difrraction (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR)”. *Skripsi*. Universitas Jember: Jember.
- Puspita, F. W. dan S. E. Cahyaningrum. 2011). Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Ras (*Gallus Gallus*) Menggunakan Metode Pengendapan Basah. *UNESA Journal of Chemistry*. 6(2): 100–106.
- Rafie, S. M. M. and D. Nordin. 2017. “Synthesis and characterization of hydroxyapatite nanoparticle”. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. Vol 21 (1): 136-148.
- Render, D., T. Samuel, H. King, M. Vig, S. Jeelani, R. J. Babu and V. Rangari. 2016. Biomaterial-Derived Calcium Carbonate Nanoparticles for Enteric Drug Delivery. *Journal of Nanomaterials*. 2016: 1-8.
- Ryu, G. U., G. M. Kim, H. R. Khalid and H. K. Lee. 2019. The effects of temperature on the hydrothermal synthesis of hydroxyapatite-zeolite using blast furnace slag. *Materials*. 12(13): 1-12.
- Sembiring, T., I. Dayana dan M. Rianna. 2019. *Alat penguji material*. Guepedia. Jakarta.
- Setianingsih, T. 2017. *Mikroskop Elektron Transmisi: Teori dan Aplikasinya untuk Karakterisasi Material*. UB Press. Malang.
- Setianingsih, T., Sutarno dan Masruroh. 2018. *Prinsip Dasar dan Aplikasi Metode Difraksi Sinar-X Untuk Karakterisasi Material*. UB Press. Malang.
- Siregar, R. F. dan E. Sulistyowati. 2019. “Karakteristik Hidroksiapatit Porous dari Prekursor Cangkang Keong Sawah dan Bahan Porogen Pati Sukun”. *Jurnal Eksergi*. Vol 16 (2): 59-63.
- Sitohang, F., Y. Azis, dan Zultiniar. 2016. “Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Kulit Telur Ayam Ras Melalui Metoda Hidrotermal”. *JOM FTEKNIK* 3 (2): 1-7.
- Sulistioso, G. S., Deswita, A. Wulanawati dan A. Romawati. 2012. “Sintesis Hidroksiapatit Berpori dengan Porogen Kitosan dan Karakterisasinya”. *Jurnal Kimia Kemasan*. Vol 34 (1): 220-225.
- Sulistiyono, P., D. M. D. Herawati and I. F. D. Arya., 2017. “Rebon Shrimp Powder Addition Influence to Nutritional Values, Organoleptic Properties and Acceptance of Supplementary Food by Children Aged 4-5 Years Old”. *Kesmas: National Public Health Journal*. Vol 11 (4): 168-172.
- Sulistyawati, E. dan R. F. S. Siregar. 2019. Karakteristik Hidroksiapatit Porous dari Prekursor Cangkang Keong Sawah dan Bahan Porogen Pati Sukun. *Eksergi*. 16(2): 59-63.
- Sunil, B. R. and M. Jagannatham. 2016. Producing hydroxyapatite from fish bones by heat treatment. *Materials Letters*. 185: 411–414.

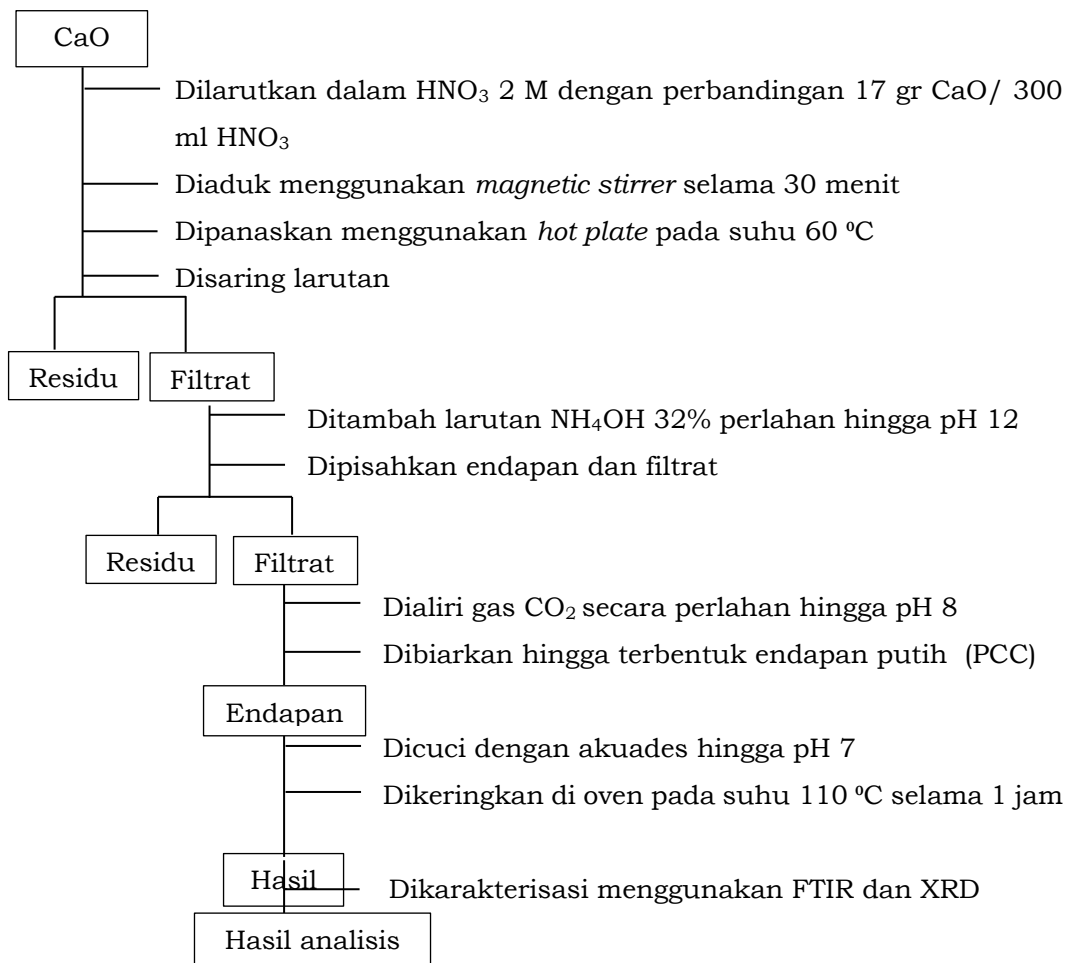
- Supangat, D. dan S. E. Cahyaningrum. 2017. "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Kepiting (*Scylla serrata*) dengan Metode Pengendapan Basah". *Journal of Chemistry*. Vol 6 (3): 143-149.
- Suryadi. 2011. "Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah". *Tesis*. Universitas Indonesia: Depok.
- Suryanarayana, C. and M. G. Norton. 2007. *X-Ray Diffraction: A Practical Approach*. Springer Science & Business Media. Berlin.
- Syarif, W., R. Holinesti., A. Faridah dan L. Fridayati. 2017. "Analisis Kualitas Sala Udang Rebon". *Jurnal Teknologi Pertanian Andalas*. Vol. 21 (1): 45-51.
- Venkatesan, J., Z. J. Qian, B. Ryu, N. V. Thomas and S. K. Kim. 2011. A comparative study of thermal calcination and an alkaline hydrolysis method in the isolation of hydroxyapatite from *Thunnus obesus* bone. *Biomedical Materials*. 6(3): 1-12.
- Wahdah, I., S. Wardhani dan Darjito. 2014. "Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Basah-Pengendapan". *Kimia Student Journal*. Vol 1 (1): 92-97.
- Wardani, N. S., A. Fadli dan Irdoni. 2015. "Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi". *JOM FTEKNIK*. Vol 2 (1): 1-6.
- Wibisono, Y. 2017. *Biomaterial dan Bioproduk*. UB Press. Malang.
- Widayat, W., H. Hadiyanto, P. W. A. Wardani, U. A. Zuhra and J. Prameswari. 2020. Preparation of KI/hydroxyapatite catalyst from phosphate rocks and its application for improvement of biodiesel production. *Molecules*. 25(11): 1-15.
- Yelten, A. and S. Yilmaz. 2016. "Various Parameters Affecting The Synthesis of The Hydroxyapatite Powders by The Wet Chemical Precipitation Technique". *Materials Today: Proceedings*. Vol 3 (9): 2869-2976.
- Yuliana, R., E. A. Rahim dan J. Hardi. 2017. "Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Basah pada Berbagai Waktu Pengadukan dan Suhu Sintering". *Jurnal Riset Kimia*. Vol 3 (3): 201-210.
- Zhang, T. and X. Xiao. 2020. "Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite Assisted by Gemini Cationic Surfactant". *Journal of Nanomaterials*. Vol 1 (1): 1-7.
- Zhou, B., B. Liu, H. Zou, Y. Song, L. Gong, Q. Huo, X. Xu and Y. Sheng. 2014. Facile synthesis of cubic and spindle-shaped CaCO_3 particles and their applications as red phosphor doped with Eu^{3+} . *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 447: 166-171.

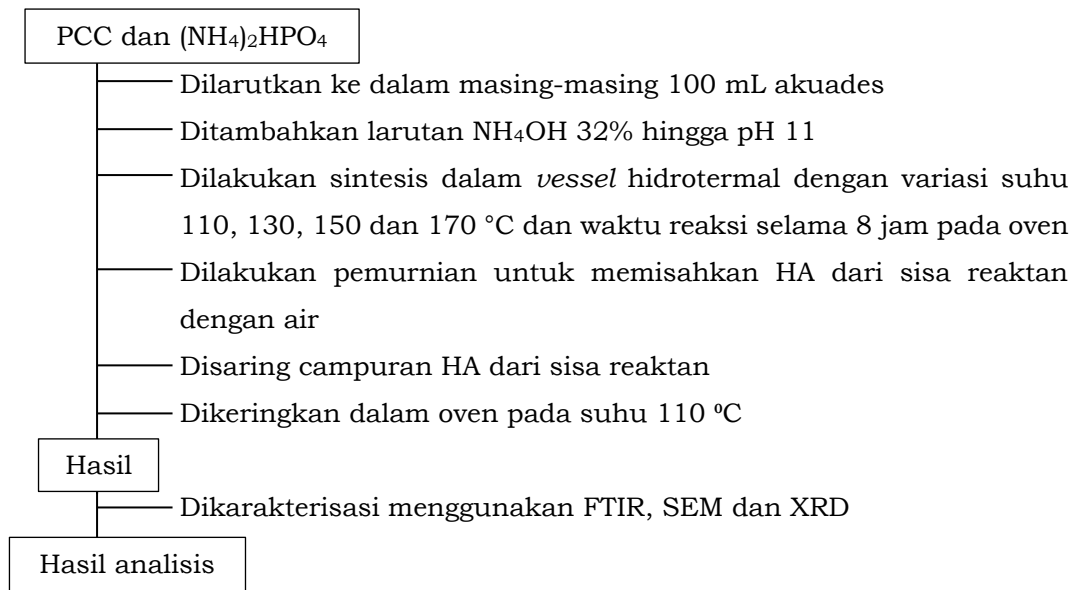
LAMPIRAN

1. Prosedur Kerja Preparasi Udang *Papai*

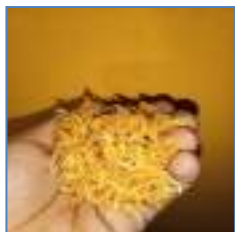


Pembuatan PCC (*Precipitated Calcium Carbonate*)



Sintesis HA dari PCC

2. Dokumentasi Kerja



Udang *papai*



Penghalusan
udang *papai*



Pengayakan
serbuk
udang *papai*



Preparasi untuk
kalsinasi



Kalsinasi
menggunakan
furnace



Hasil kalsinasi
berupa CaO



CaO
ditambahkan
HNO₃



Proses
pemanasan dan
pengadukan
pada campuran



Pemisahan filtrat
dari residu



Filtrat
ditambahkan
NH₄OH



Pemisahan filtrat
dan residu



Filtrat dialirkan
gas CO₂



Terbentuknya
endapan PCC



PCC setelah
penyaringan



PCC dicuci
dengan
akuades



Produk akhir
PCC



Penimbangan
PCC untuk
sintesis



Pencampuran
PCC dengan
(NH₄)₂HPO₄



Proses sintesis
hidroksiapatit



Peyaringan
hasil sintesis



Produk akhir
hidroksiapatit

3. Perhitungan

Perhitungan Rasio

Rasio 1,73

$$0,02 : 0,01156$$

$$\begin{aligned}\text{massa } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 &= 0,01156 \text{ mol} \times 132,05 \text{ g/mol} \\ &= 1,5264 \text{ g}\end{aligned}$$

% Efisiensi Hidroksiapatit

$$\% \text{efisiensi hidroksiapatit} = \frac{\text{massa hidroksiapatit}}{\text{massa awal prekursor kalsium dan fosfat}} \times 100\%$$

Data untuk suhu 110 °C

$$\begin{aligned}\% \text{efisiensi hidroksiapatit} &= \frac{2,06 \text{ gr}}{2 \text{ gr } \text{CaCO}_3 + 1,5264 \text{ gr } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4} \times 100\% \\ &= 58,4148 \%\end{aligned}$$

Data untuk suhu 130 °C

$$\begin{aligned}\% \text{efisiensi hidroksiapatit} &= \frac{1,87 \text{ gr}}{2 \text{ gr } \text{CaCO}_3 + 1,5264 \text{ gr } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4} \times 100\% \\ &= 53,0271 \%\end{aligned}$$

Data untuk suhu 150 °C

$$\begin{aligned}\% \text{efisiensi hidroksiapatit} &= \frac{1,85 \text{ gr}}{2 \text{ gr } \text{CaCO}_3 + 1,5264 \text{ gr } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4} \times 100\% \\ &= 52,2599 \%\end{aligned}$$

Data untuk suhu 170 °C

$$\begin{aligned}\% \text{efisiensi hidroksiapatit} &= \frac{1,6 \text{ gr}}{2 \text{ gr } \text{CaCO}_3 + 1,5264 \text{ gr } (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4} \times 100\% \\ &= 45,3557 \%\end{aligned}$$

Derajat Kristanilitas

$$\text{Kristanilitas} = \frac{\text{fraksi luas kristal}}{\text{fraksi L kristal} + \text{fraksi L amorf}} \times 100 \%$$

Data untuk suhu 110 °C

$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas} &= \frac{\text{fraksi luas kristal}}{\text{fraksi L kristal} + \text{fraksi L amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{90,15}{1253,92} \times 100 \% \\ &= 7,1894 \%\end{aligned}$$

Data untuk suhu 130 °C

$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas} &= \frac{\text{fraksi luas kristal}}{\text{fraksi L kristal} + \text{fraksi L amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{148,71}{1246,87} \times 100 \% \\ &= 11,9266 \%\end{aligned}$$

Data untuk suhu 150 °C

$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas} &= \frac{\text{fraksi luas kristal}}{\text{fraksi L kristal} + \text{fraksi L amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{337,34}{1235,68} \times 100 \% \\ &= 27,2999 \%\end{aligned}$$

Data untuk suhu 170 °C

$$\begin{aligned}\text{Kristanilitas} &= \frac{\text{fraksi luas kristal}}{\text{fraksi L kristal} + \text{fraksi L amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{1081,44}{4978,74} \times 100 \% \\ &= 21,7211 \%\end{aligned}$$

Penentuan Ukuran Kristal

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

D = Ukuran partikel atau kristal

k = Faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

λ = Panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å)

B = Nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) (rad)

θ = Sudut difraksi (derajat)

Data untuk suhu 110 °C

$$\begin{aligned}D &= \frac{0,9 \times 1,54056 \text{ Å}}{7,08805 \times 29,94402} \\ &= 10,8272 \text{ nm}\end{aligned}$$

Data untuk suhu 130 °C

$$\begin{aligned}D &= \frac{0,9 \times 1,54056 \text{ Å}}{5,46136 \times 30,53695} \\ &= 14,0325 \text{ nm}\end{aligned}$$

Data untuk suhu 150 °C

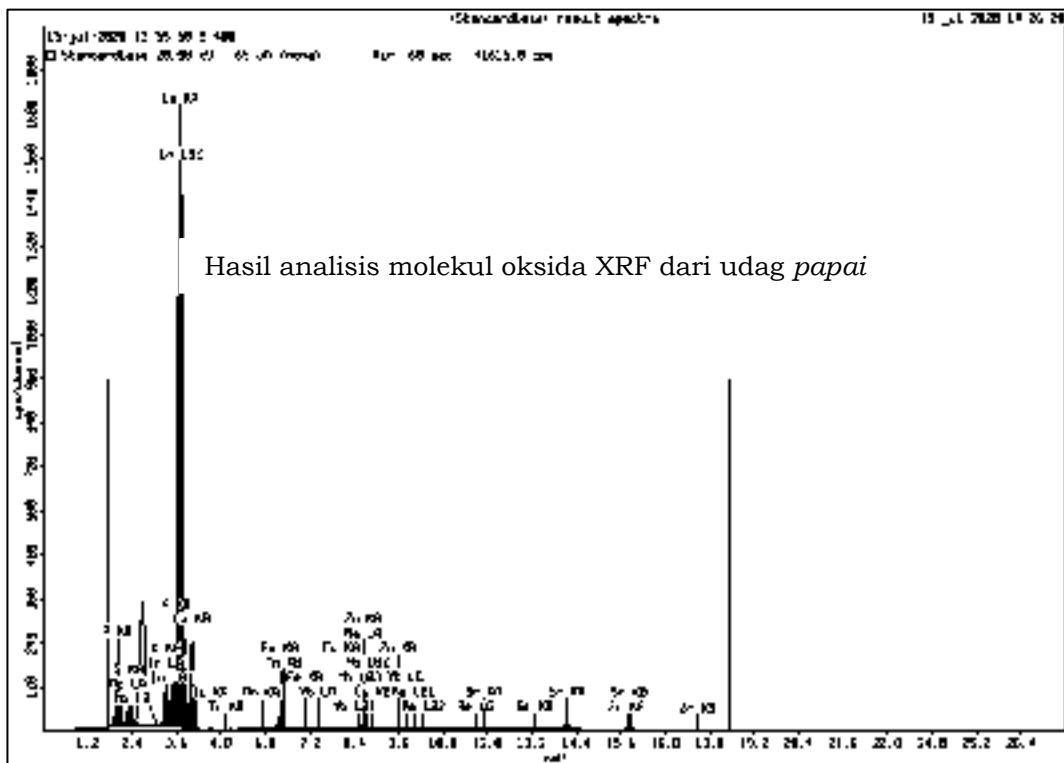
$$\begin{aligned}D &= \frac{0,9 \times 1,54056 \text{ Å}}{1,38742 \times 32,05015} \\ &= 55,0329 \text{ nm}\end{aligned}$$

Data untuk suhu 170 °C

$$\begin{aligned}D &= \frac{0,9 \times 1,54056 \text{ Å}}{4,24078 \times 31,5889} \\ &= 18,0253 \text{ nm}\end{aligned}$$

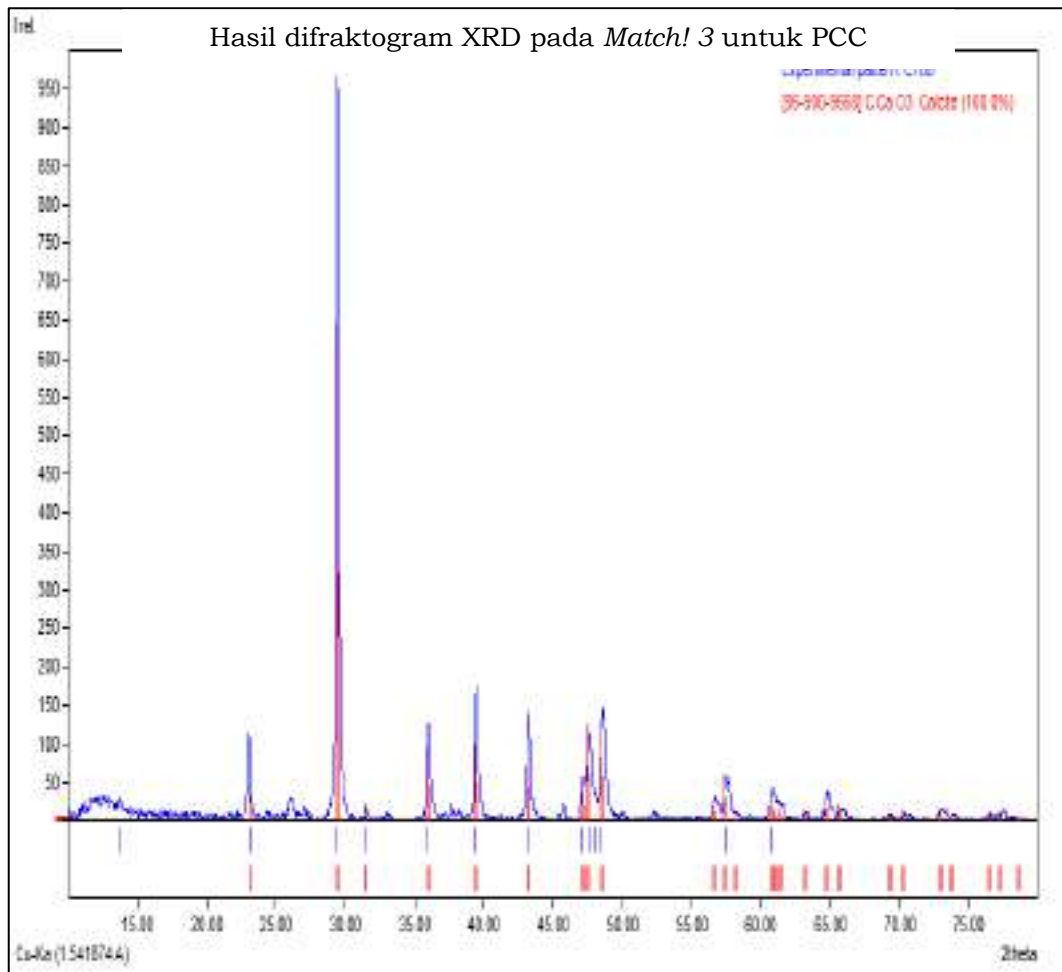
4. Data XRF Udang *Papai*

Sample results													
Sample result													
Sample result													
B 400													
Application: 11, 10, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1													
Sequence: 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1													
Measurement time: 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1													
Position: 1													
Compound	Conc	Unit	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Hasil analisis unsur XRF dari udag <i>papai</i>													
Compound	Conc	Unit	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%	Wt%
Compound: In2O3, Fe2O3, Ba2O7													
Conc: 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1													
Unit: 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1, 1													

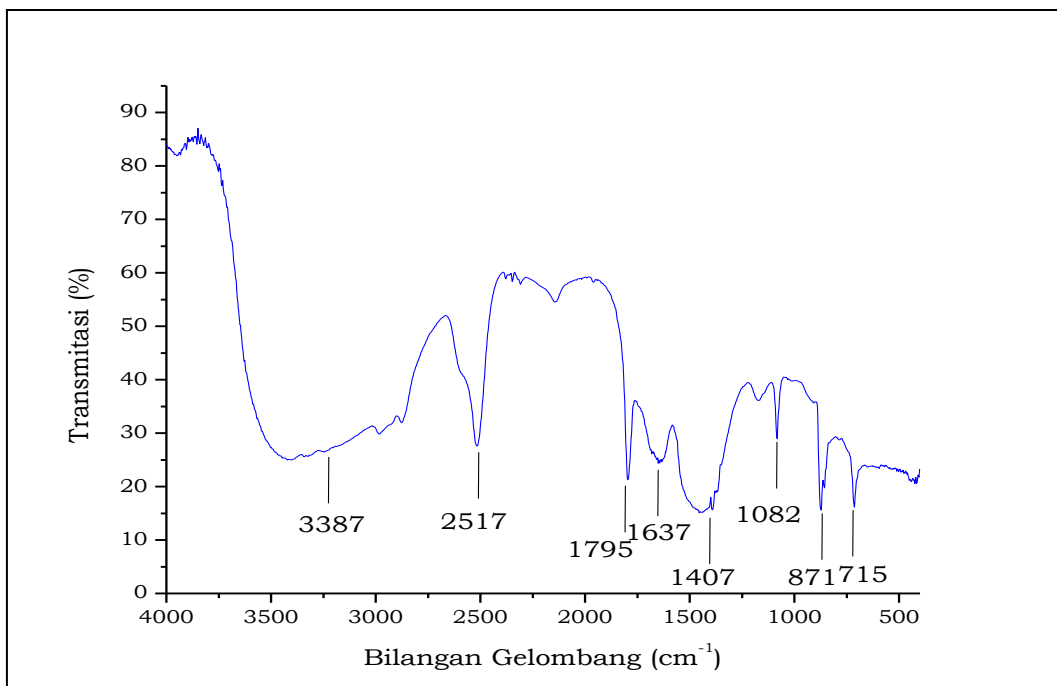


Hasil analisis XRF dari udang *papai*

5. Data XRD PCC

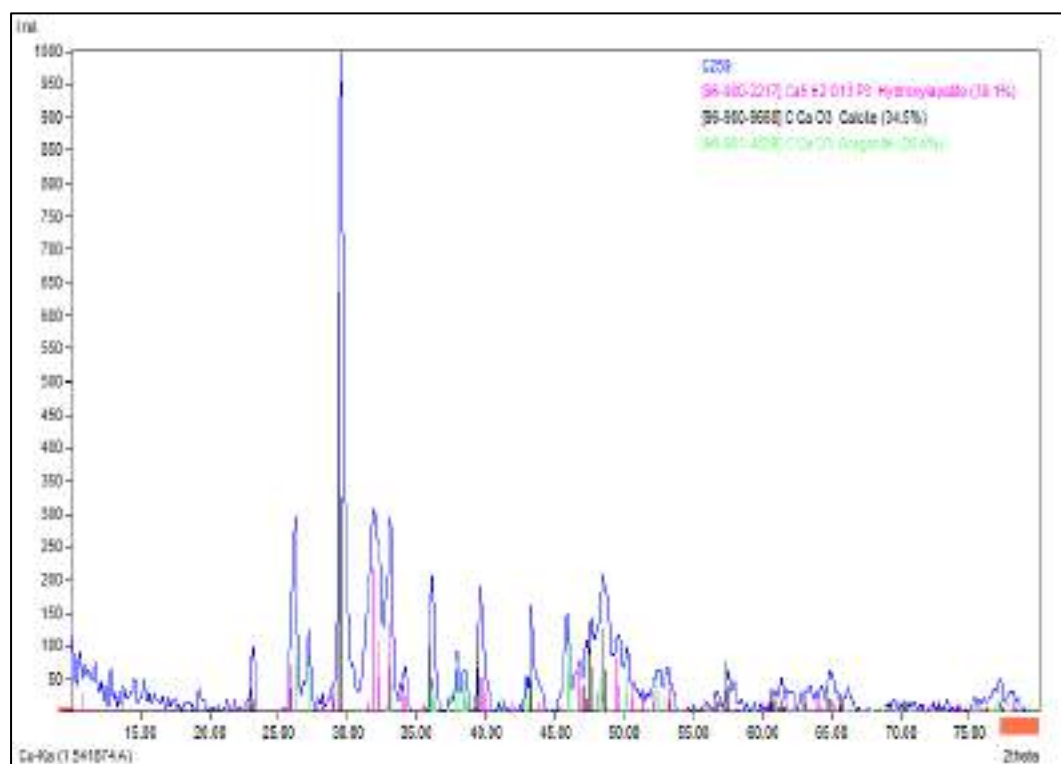
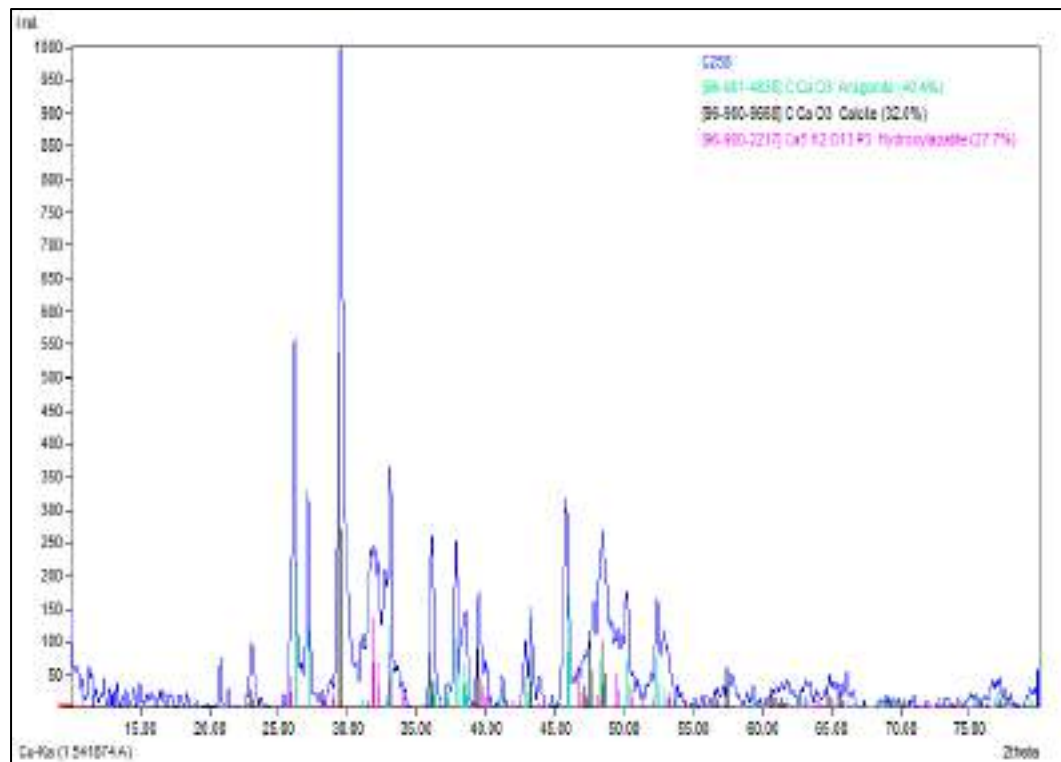


6. Data FTIR PCC

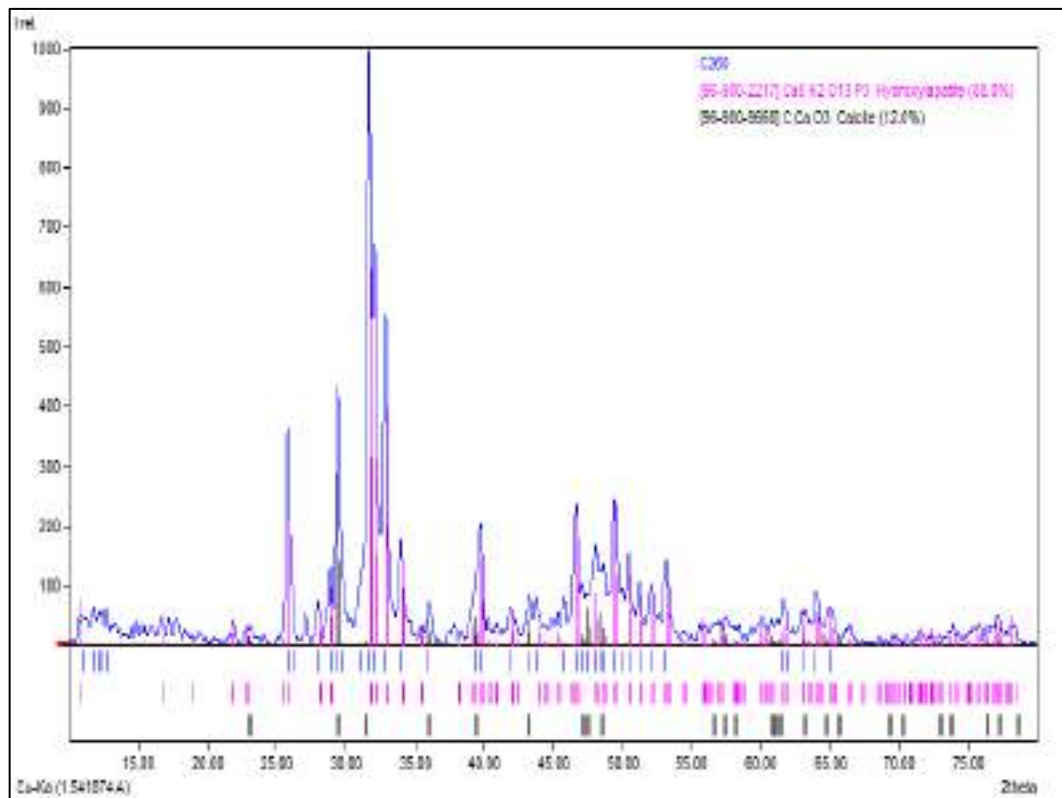


Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus fungsi
715	CO ₃ ²⁻
871	CO ₃ ²⁻
1082	CO ₃ ²⁻
1407	CO ₃ ²⁻
1637	C-H
1795	C=O
2517	OH ⁻
3387	OH ⁻

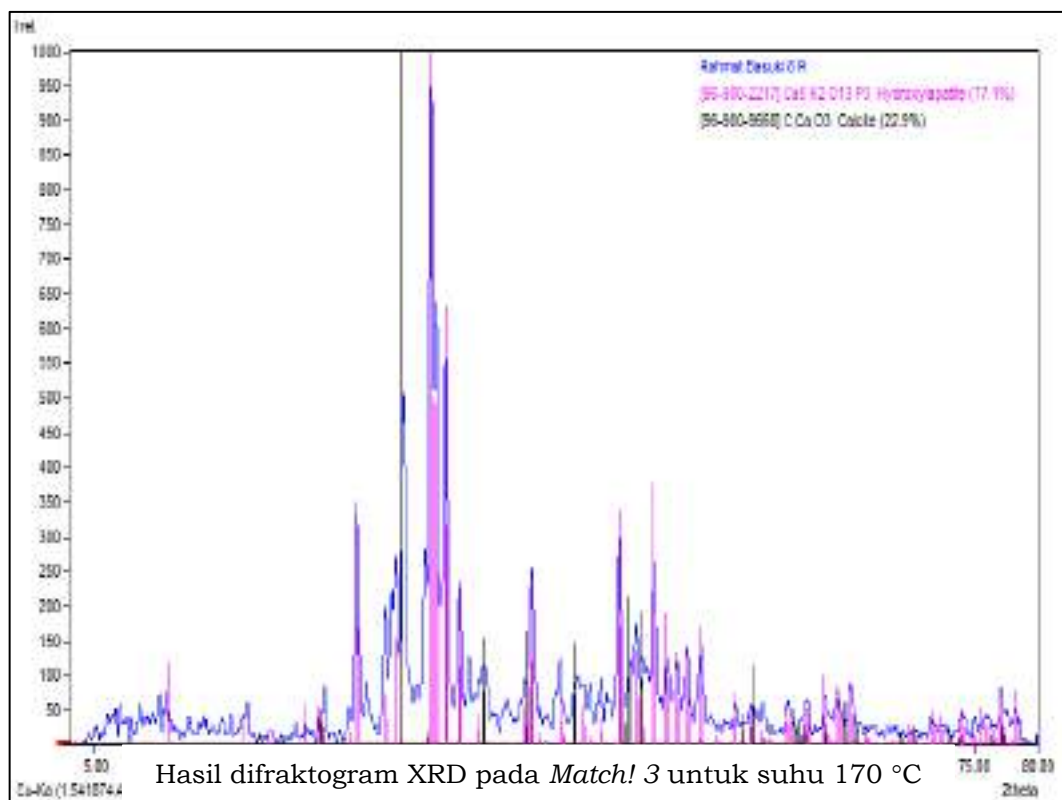
7. Data XRD Hidroksiapatit Hasil Sintesis



Hasil difraktogram XRD pada *Match! 3* untuk suhu 130 °C



Hasil difraktogram XRD pada *Match! 3* untuk suhu 150 °C

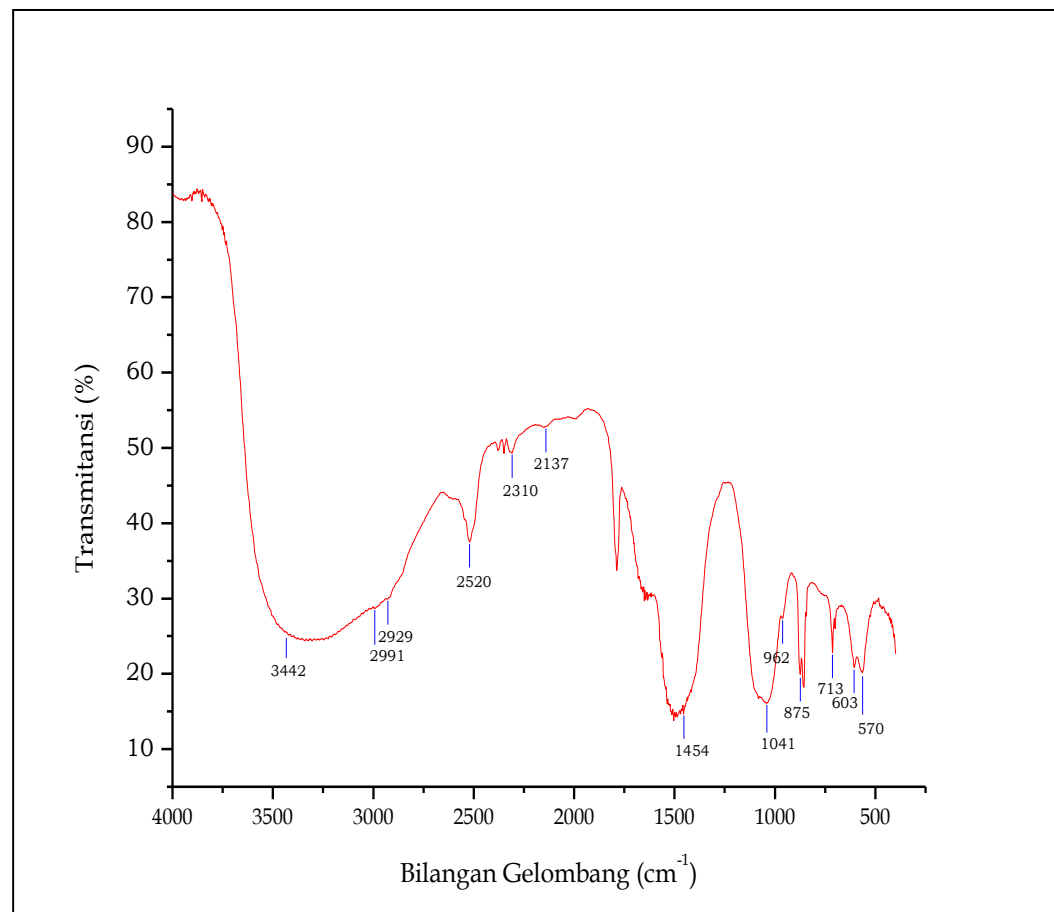


Hasil difraktogram XRD pada *Match! 3* untuk suhu 170 °C

8. Data FTIR Hidroksiapatit Hasil Sintesis

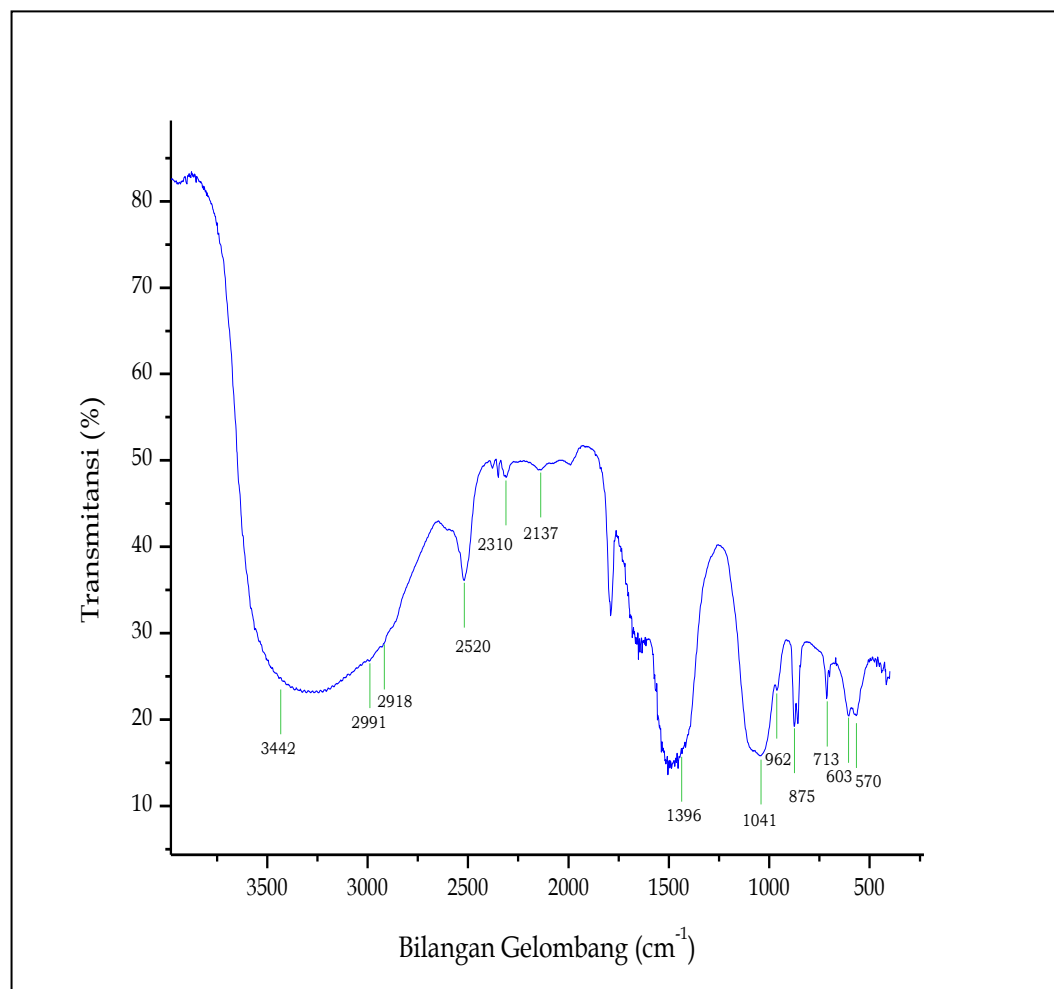
Data FTIR Untuk Suhu 110 °C

Bilangan gelombang	Gugus fungsi
570	PO ₄ ³⁻ (simetri bending)
603	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
713	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
875	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
962	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
1041	PO ₄ ³⁻ (asimetri stretching)
1454	CO ₃ ²⁻
2137	OH ⁻ (H ₂ O)
2310	OH ⁻ (H ₂ O)
2520	OH ⁻ (H ₂ O)
2929	OH ⁻
2991	OH ⁻
3442	OH ⁻



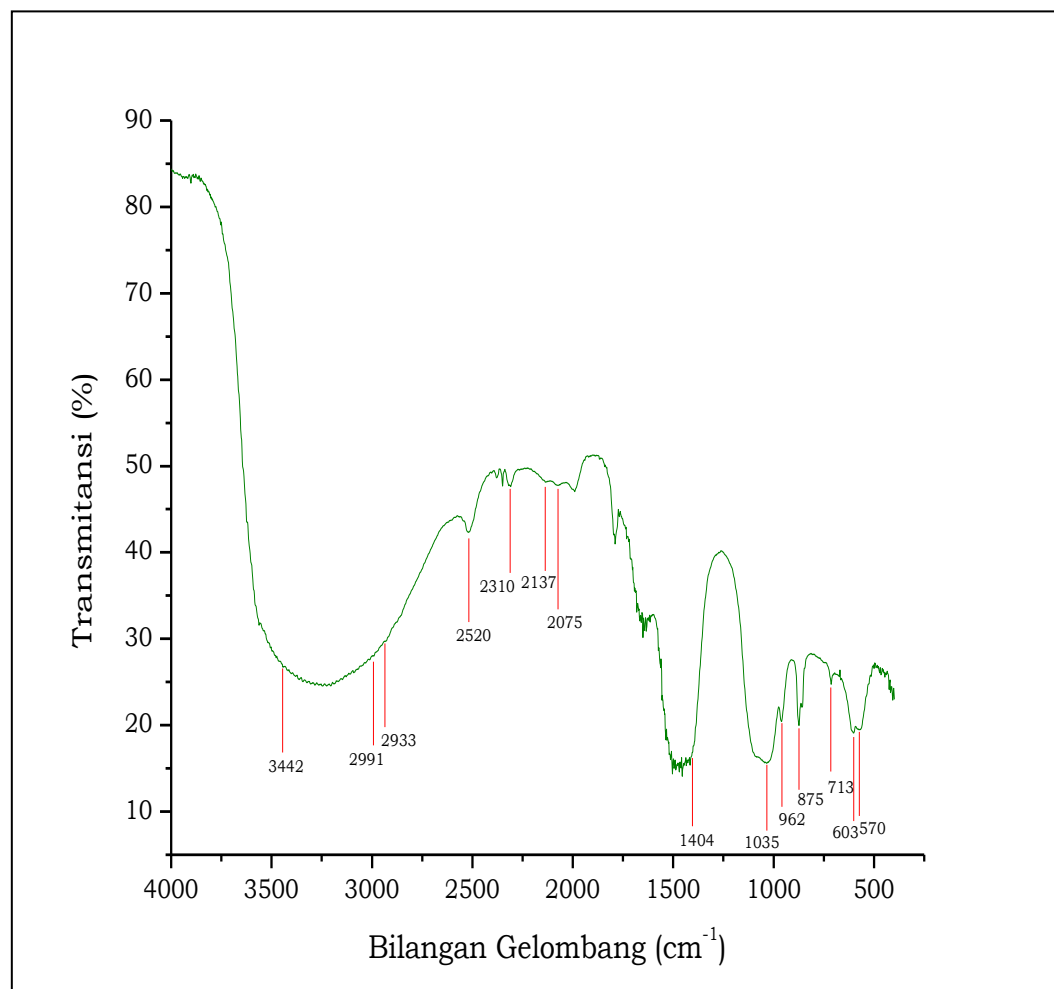
Data FTIR Untuk Suhu 130 °C

Bilangan gelombang	Gugus fungsi
570	PO ₄ ³⁻ (simetri bending)
603	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
713	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
875	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
962	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
1041	PO ₄ ³⁻ (asimetri stretching)
1396	CO ₃ ²⁻
2137	OH ⁻ (H ₂ O)
2310	OH ⁻ (H ₂ O)
2520	OH ⁻ (H ₂ O)
2918	OH ⁻
2991	OH ⁻
3442	OH ⁻



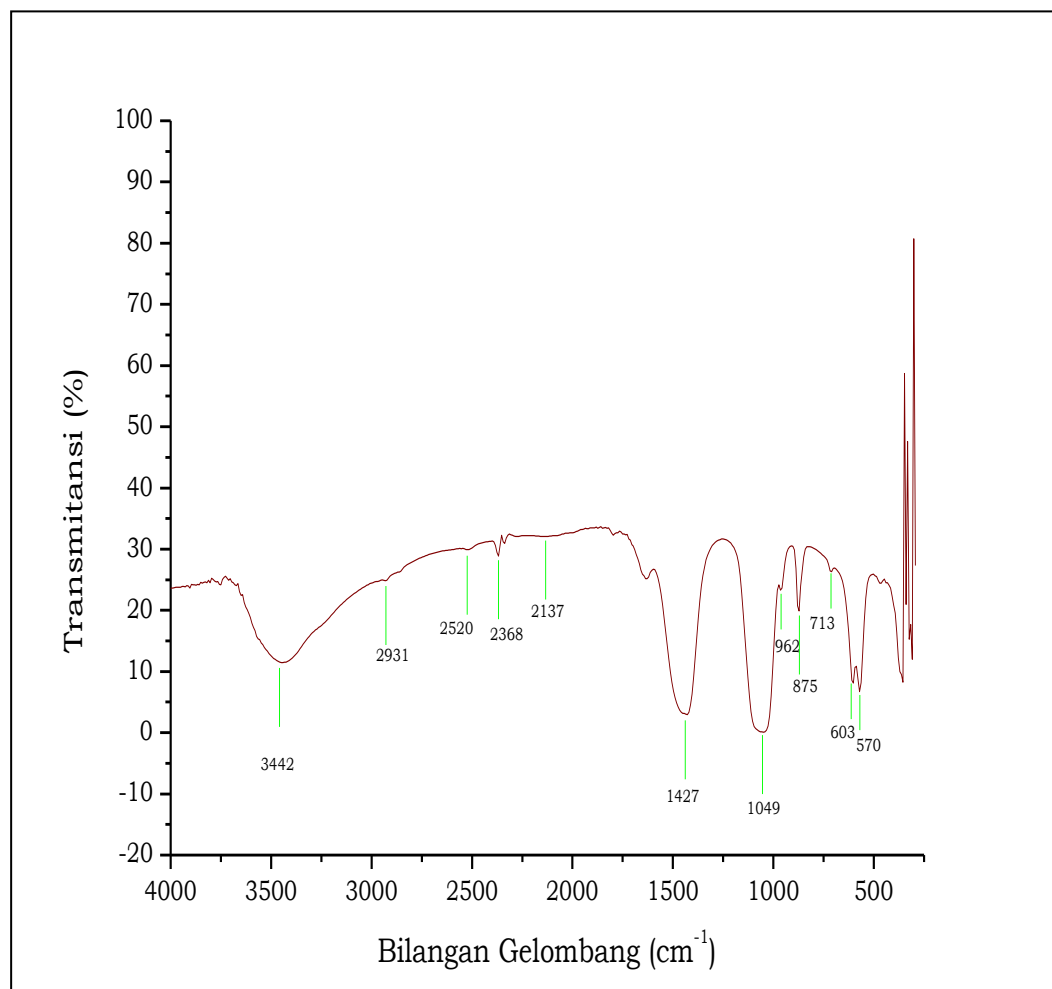
Data FTIR Untuk Suhu 150 °C

Bilangan gelombang	Gugus fungsi
570	PO ₄ ³⁻ (simetri bending)
603	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
713	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
875	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
962	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
1035	PO ₄ ³⁻ (asimetri stretching)
1404	CO ₃ ²⁻
2075	OH ⁻ (H ₂ O)
2137	OH ⁻ (H ₂ O)
2310	OH ⁻ (H ₂ O)
2520	OH ⁻ (H ₂ O)
2933	OH ⁻
2991	OH ⁻
3442	OH ⁻



Data FTIR Untuk Suhu 170 °C

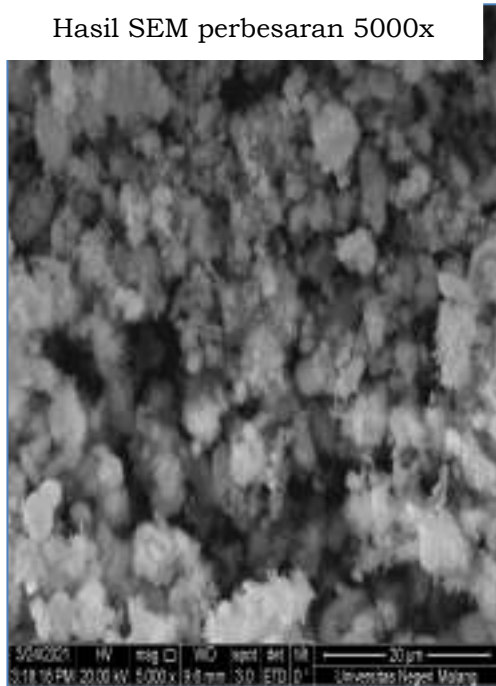
Bilangan gelombang	Gugus fungsi
570	PO ₄ ³⁻ (simetri bending)
603	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
713	PO ₄ ³⁻ (asimetri bending)
875	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
962	PO ₄ ³⁻ (simetri stretching)
1049	PO ₄ ³⁻ (asimetri stretching)
1427	CO ₃ ²⁻
2137	OH ⁻ (H ₂ O)
2368	OH ⁻ (H ₂ O)
2520	OH ⁻ (H ₂ O)
2931	OH ⁻
3442	OH ⁻



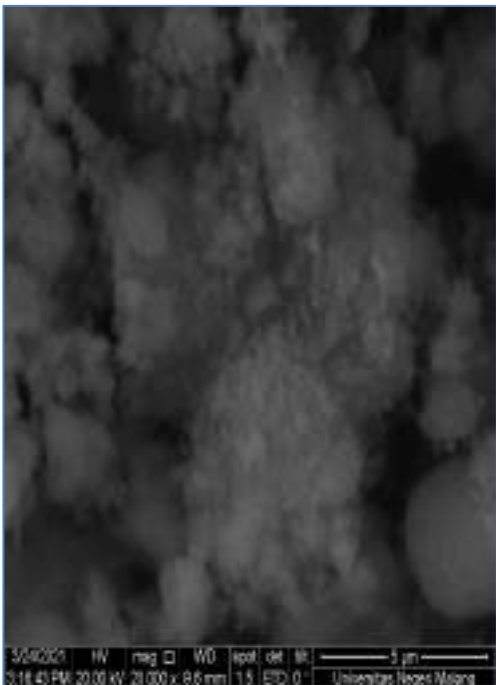
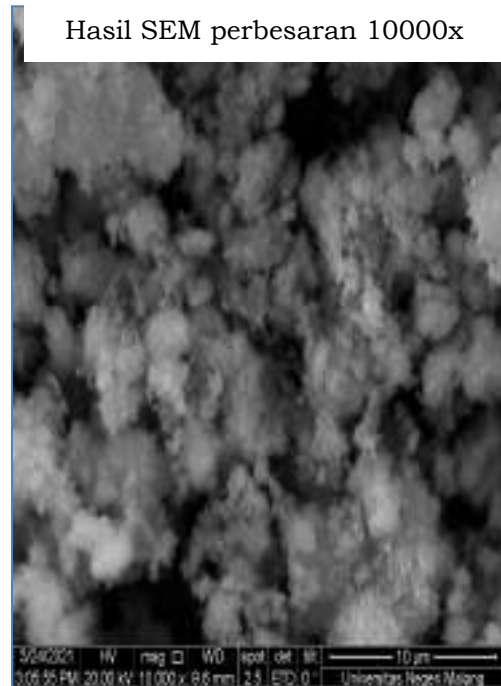
9. Data SEM Hidroksiapatit Hasil Sintesis

Data SEM Untuk Suhu 110 °C

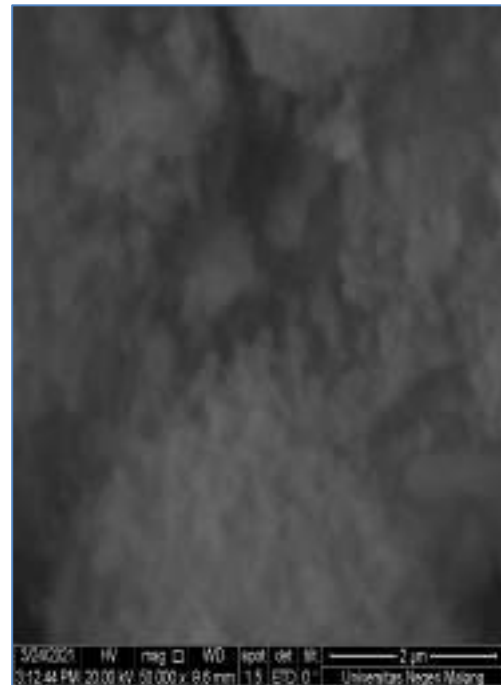
Hasil SEM perbesaran 5000x



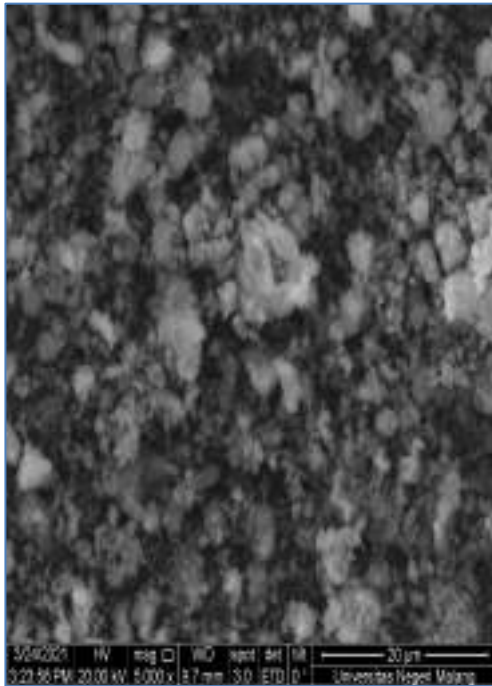
Hasil SEM perbesaran 10000x



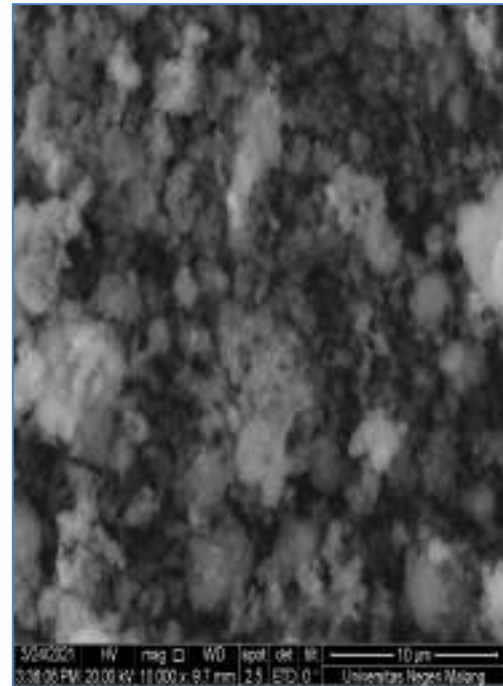
Hasil SEM perbesaran 20000x



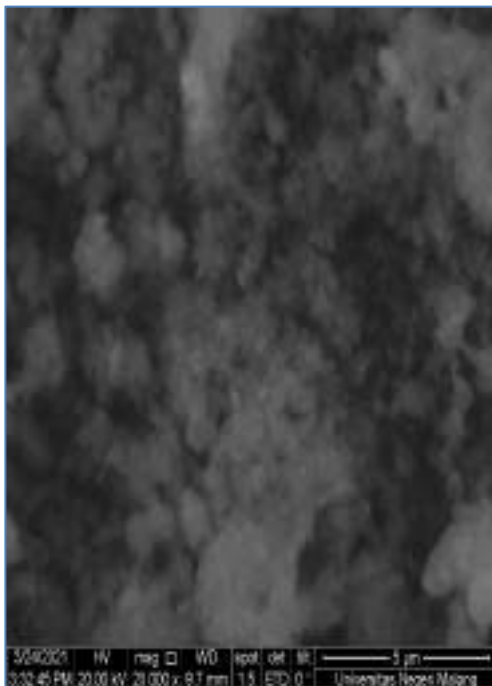
Hasil SEM perbesaran 50000x

Data SEM Untuk Suhu 130 °C

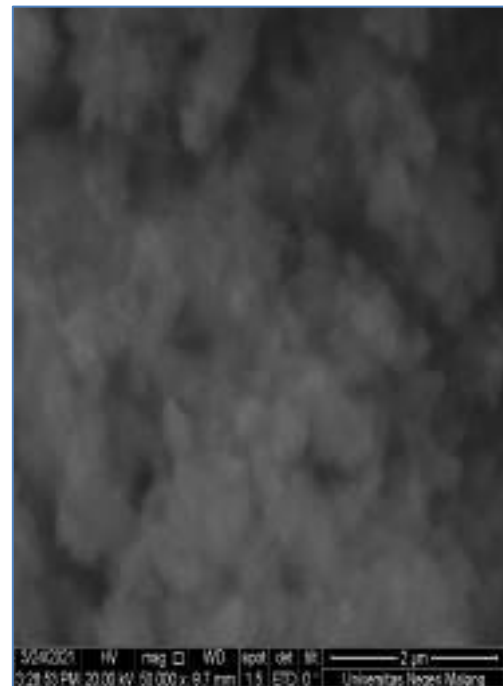
Hasil SEM perbesaran 5000x



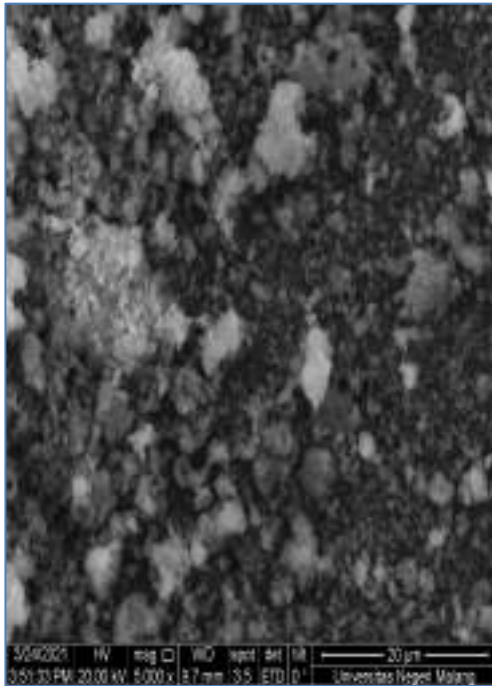
Hasil SEM perbesaran 10000x



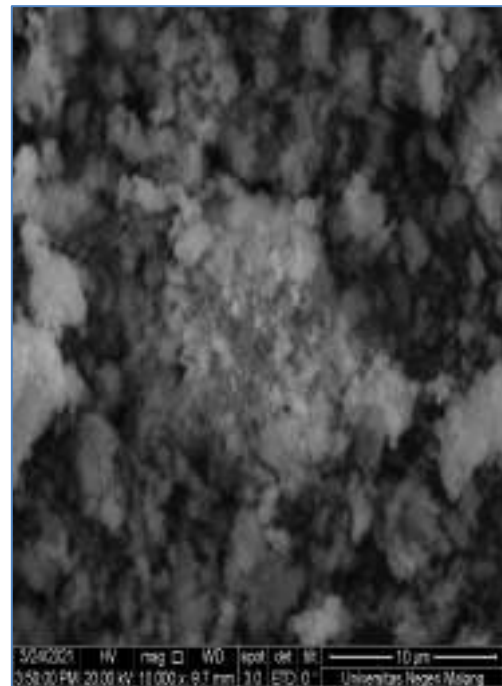
Hasil SEM perbesaran 20000x



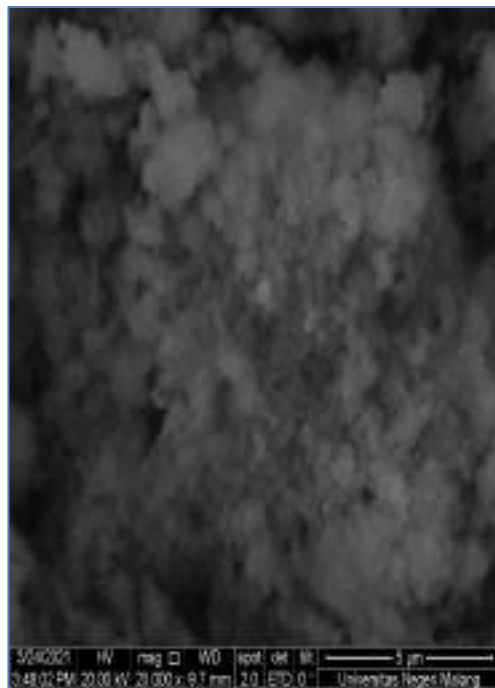
Hasil SEM perbesaran 50000x

Data SEM Untuk Suhu 150 °C

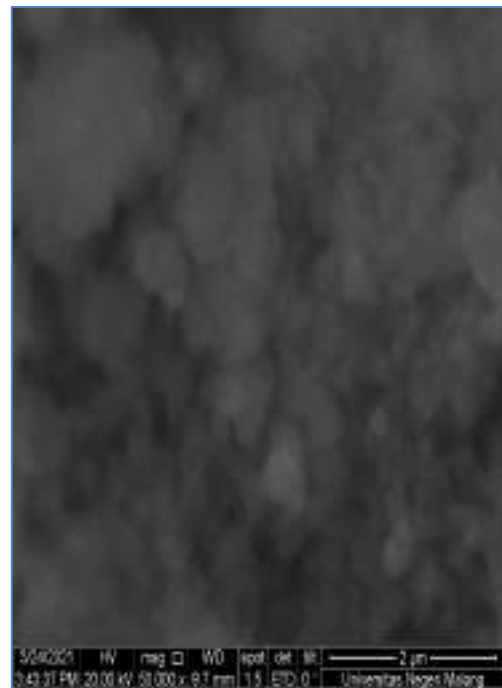
Hasil SEM perbesaran 5000x



Hasil SEM perbesaran 10000x

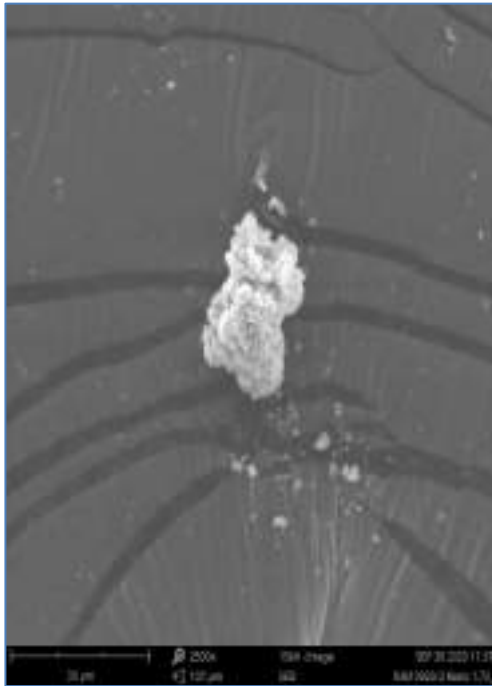


Hasil SEM perbesaran 20000x

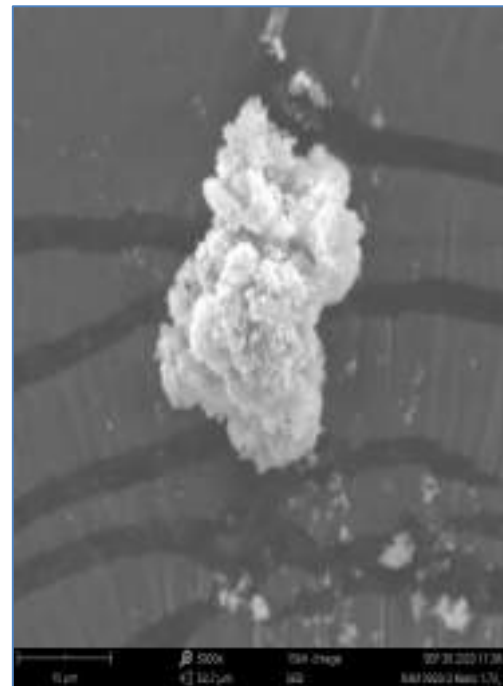


Hasil SEM perbesaran 50000x

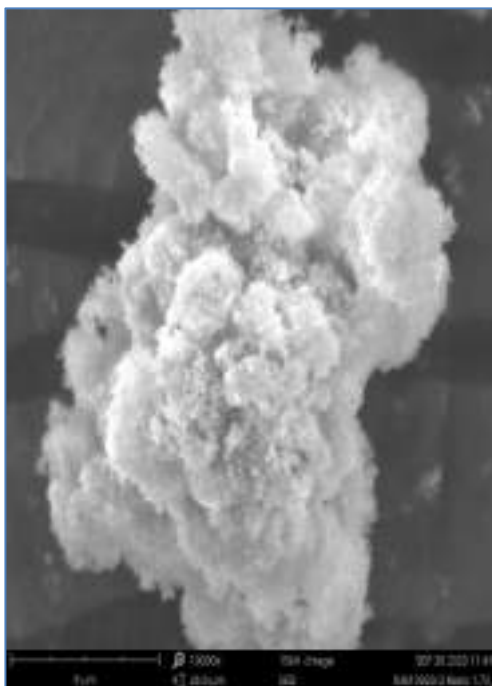
Data SEM Untuk Suhu 170 °C



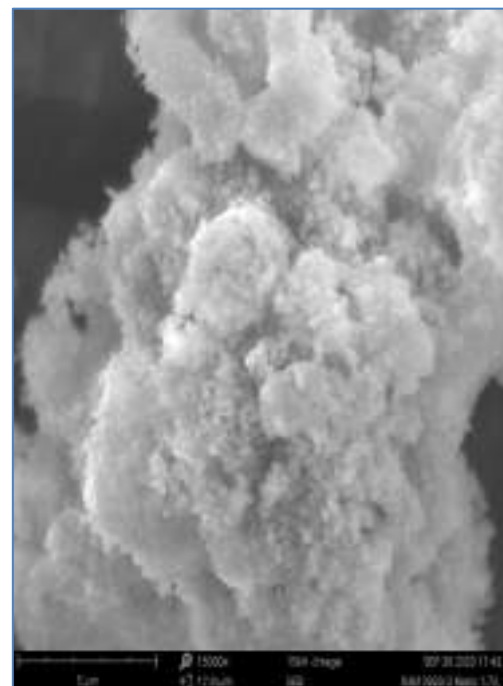
Hasil SEM perbesaran 2500x



Hasil SEM perbesaran 5000x



Hasil SEM perbesaran 10000x



Hasil SEM perbesaran 15000x

RIWAYAT HIDUP



Autar Mubarrak Elhadad, lahir pada tanggal 30 April 1999, di Kuala Tungkal, Kabupaten Tanjung Jabung Barat, Provinsi Jambi. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Mukhtar dan Juriah. Penulis lulus di SDN 17 Kuala Tungkal pada tahun 2011. Lalu melanjutkan pendidikan ke SMPN 2 Kuala Tungkal dan tamat pada tahun 2014. Selanjutnya penulis melanjutkan sekolah ke SMAN 2 Kuala Tungkal dan tamat pada tahun 2017. Pada tahun yang sama penulis terdaftar sebagai mahasiswa di Universitas Jambi Fakultas Sains dan Teknologi Program Studi Kimia. Selama perkuliahan penulis juga aktif di organisasi himpunan mahasiswa prodi kimia (HIMKI) dan pernah termasuk anggota dari Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas Sanis dan Teknologi (BEM FST).