



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **II.1 Teori Umum**

##### **II.1.1 Kupang Merah (*Musculista senhausia*)**

Kupang merupakan kerang berukuran kecil yang telah lama dimanfaatkan oleh masyarakat Sidoarjo dan Surabaya sebagai makanan khas. Kupang ditemukan melimpah di perairan pantai Sidoarjo. Terdapat dua jenis kupang, yaitu kupang putih (*Potamocorbula faba*; *Bivalvia: Corbulidae*) dan kupang merah (*Muschulita senhausia*; *Bivalvia: Mytilidae*). Kupang putih banyak ditemukan di daerah pantai terutama sekitar muara, misalnya Muara Sungai Kepetingan, Sidoarjo dan Muara Sungai Porong, Sidoarjo, sedangkan kupang merah lebih banyak ditemukan di kawasan ke arah laut. Kupang putih berukuran lebih besar daripada kupang merah. Kupang merah memiliki cita rasa yang lebih gurih, namun pengolahannya relatif lebih sulit karena banyak terdapat benang bysus yang merupakan ciri khas kerang Famili *Mytilidae* (Sikana,2016).



Gambar II.1 Kupang Merah (*Musculista senhausia*)

##### **Klasifikasi Kupang Merah (*Musculista senhousia*)**

Kupang merah termasuk dalam Filum Moluska dengan klasifikasi menurut (Yuniar,2019) adalah sebagai berikut :

Phylum : Moluska  
Kelas : Bivalva (Pelecypoda)  
Subkelas : Heterodonta  
Genus : Muscilista  
Spesies : Muscilista senhousia

Kupang merah mempunyai insang seperti jala sempit dengan cangkang bagian dalam tidak berkilauan. Kupang merah mempunyai bentuk yang agak memanjang, bercangkang tipis, tembus cahaya, serta yang memiliki ukuran panjang

---



## LAPORAN HASIL PENELITIAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HYDROXYAPATITE DARI CANGKANG KUPANG MERAH (*MUSCULISTA SENHAUSIA*) DENGAN METODE PRESIPITASI

antara 11-18 mm dan lebar 5-8 mm serta mempunyai warna cangkang hitam kemerah-merahan sehingga disebut kupang merah. Kupang merah sering disebut dengan kupang jawa atau bahasa ilmiahnya yaitu *Musculista senhousia* merupakan salah satu jenis binatang laut yang mempunyai cangkang yang termasuk dalam phylum Mollusca.

Kupang merah (*Musculista senhousia*) termasuk dalam kelas bivalvia merupakan salah satu sumberdaya perikanan yang banyak ditemukan di perairan Surabaya. Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Freddy (2020), cangkang kupang mengandung sekitar 98% kalsium karbonat dan 2% kandungan organik.

Tabel II.1 Kandungan mineral dan logam berat pada tepung cangkang kupang putih (*Corbula Faba*) dan kupang merah (*Musculista Senhousia*).

Parameter	Kupang Putih		Kupang Merah	
	1	2	1	2
Kalsium Ca(%)	35,84	39,72	42,92	41,49
Fosfor P (%)	1,82	2,64	3,04	2,72
Natrium Na(%)	0,63	0,52	0,79	0,83
Clor (Cl <sub>2</sub> )	0,00	0,00	0,00	0,00
Magnesium (Mg)	0,24	0,31	0,42	0,38
Kalium (K)	0,25	0,38	0,18	0,12

Sumber : Yuniar,2019

Menurut (Pangesti, 2018), cangkang kupang putih memiliki kandungan kalsium sebesar 96,98%.

Tabel II.2 Hasil Analisa XRF Cangkang Kupang Merah

Komponen	Konsentrasi (%)
CaO	98,28%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,098%
Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,068%
SrO	0,84%
ZrO <sub>2</sub>	0,06%
MoO <sub>3</sub>	0,47%
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,08%
Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,099%

Sumber : Analisa XRF,2021



## II.1.2 Karakteristik dan Keunggulan Cangkang Kupang Merah Terhadap Bahan Lain

Dapat ditunjukkan pada tabel II.3 kandungan CaO yang ada pada bahan lain selain cangkang kupang diantaranya :

Tabel II.3 Kandungan CaO pada Beberapa Cangkang

Bahan	CaO
Kerang darah	86,15%
Rajungan	59,1%
Kerang Simping	96,15%
Cangkang Telur Puyuh	97,3%

Berdasarkan tabel tersebut didapatkan bahwa kandungan CaO yang ada pada cangkang kupang merah lebih unggul dibandingkan pada bahan lainnya. Adanya proses kalsinasi juga dapat menyebabkan terjadinya defisit massa. Presentase defisit masa dapat ditunjukkan pada tabel II.4.

Tabel II.4 Presentase Defisit Massa CaO

Bahan	Massa Tersisa (%)	Defisit Massa (%)
Cangkang Telur Puyuh	31%	-69%
Rajungan	42%	-58%
Kerang darah	51%	-49%
Kerang Simping	52%	-48%
Cangkang Kupang Merah	60,03%	-39,97%

Sumber : Yusuf, 2019

Nilai defisit massa masing-masing bahan menunjukkan efisiensi pada proses produksi. Nilai negative pada perubahan massa menunjukkan pengurangan massa pada hasil CaO dari bahan dasarnya. Bahan cangkang kupang merah menunjukkan defisit massa sebesar 39,97% yang menunjukkan bahan ini cukup efisien dalam produksi CaO dalam jumlah besar dibandingkan dengan cangkang lain. Kandungan kalsium yang terdapat pada cangkang kupang merah cukup tinggi dan defisit massa relatif kecil dibandingkan dengan bahan lain, sehingga bahan ini lebih unggul untuk dijadikan biomaterial yaitu sebagai implant gigi maupun tulang.

## II.1.3 Biomaterial

Biomaterial adalah suatu bahan sintetis yang dapat diimplan kedalam tubuh sebagai pengganti fungsi dari jaringan hidup atau organ. Material yang digunakan



dalam pengobatan tersebut harus bersifat bioactive, biocompatible, dan tidak beracun. Biomaterial adalah material yang mengalami kontak langsung dengan sistem biologis pada makhluk hidup, material tersebut diharuskan memiliki beberapa persyaratan, antara lain tidak menimbulkan pengaruh buruk pada tubuh, memiliki ketahanan terhadap korosi dan memiliki kekuatan yang baik terutama kekuatan fatik dan ketangguhan.

Biomaterial dalam aplikasinya digunakan untuk menggantikan atau mengembalikan fungsi dari komponen tulang yang mengalami kegagalan/kerusakan. Selanjutnya dalam pemilihan material yang akan digunakan untuk implan harus memenuhi beberapa syarat berikut :

- a. Biocompatible, material harus dapat menyatu dengan tubuh jangan sampai terjadi penolakan dari tubuh terhadap material yang di implan.
- b. Material tahan korosi, degradasi, dan keausan, material yang akan di implan harus dapat bertahan lama di dalam tubuh saat fase penyembuhan, karena di dalam tubuh manusia itu sendiri lingkungannya sangat korosif
- c. Mechanical properties yang sama antar implan dengan tulang manusia itu sendiri ketika sedang bekerja mengalami beberapa pembebanan. Hal ini dimaksudkan agar ketika implan mengalami pembebanan maka implan tersebut dapat memenuhi fungsinya sebagai pengganti tulang yang rusak
- d. Bioactive, material implan diharapkan dapat menyatu dengan jaringan ketika telah ditanam didalam tubuh manusia.
- e. Osteoconductive, material ini harus dapat menghubungkan atau sebagai perekat antara tulang dengan implan.

Pada umumnya, biomaterial terbuat dari silikon murni, dacron cuff, selulosa, poly (methyl methacrylate), bahan baku plastik polimer (polyurethanes), hidrogel, stainless steel, titanium, alumina, kolagen, dan kalsium fosfat fase *hydroxyapatite*. (Yusuf,2019)

#### **II.1.4 Kalsium Phosphate dan Sifatnya**

Kalsium fosfat memiliki sifat alami yang kompleks, bisa berada pada berbagai fase, dapat pula dalam bentuk larutan padat. Kalsium fosfat dapat dalam bentuk nonstoikiometri dengan adanya pengotor yang mengganti ion kalsium dalam kristal.



Pada umumnya, kalsium fosfat berada dalam bentuk amorf maupun berbagai kristal. Senyawa kalsium fosfat berbentuk kristal dan terdapat dalam empat fase, yaitu dikalsium fosfat, okta kalsium fosfat, trikalsium fosfat, dan *hydroxyapatite*.(Noviyanti, 2019)

### II.1.5 Jenis-Jenis Kalsium Phospat

Kalsium fosfat (Calcium Phosphate) berada dalam bentuk campuran amorf maupun berbagai kristal atau dapat berada dalam berbagai fasa. Jenis kalsium fosfat dalam setiap fasa diperlihatkan pada tabel berikut:

Tabel II.5 Jenis kalsium fosfat

No	Senyawa	Rumus Senyawa	Ca/P	Ksp
1.	Monocalcium phosphate monohydrate (MCPM)	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0.5	Kelarutan tinggi
2.	Monocalcium phosphate anhydrous (MCPA)	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	0.5	Kelarutan tinggi
3.	Dicalcium phosphate anhydrous (DCPA)	$\text{CaHPO}_4$	1	$10^{-6.90}$
4.	Dicalcium phosphate dihydrate (DCPD)	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1	$10^{-6.59}$
5.	Octacalcium phosphate (OCP)	$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1.33	$10^{-96.6}$
6.	$\alpha$ -Tricalcium phosphate ( $\alpha$ -TCP)	$\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.5	$10^{-25.5}$
7.	$\beta$ -Tricalcium phosphate ( $\beta$ -TCP)	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.5	$10^{-28.9}$
8.	Amorphous calcium phosphate (ACP)	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.5	$10^{-25.2}$ - $10^{-24.8}$
9.	Hydroxyapatite (HAp)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1.67	$10^{-116.8}$
10.	Tetracalcium phosphate	$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	2	$10^{-38}$

Kalsium fosfat berada dalam bentuk campuran amorf maupun berbagai kristal atau dapat berada dalam berbagai fasa. Jenis kalsium fosfat dalam setiap fasa diperlihatkan pada Tabel II.3:

1. Kalsium fosfat amorf, memiliki rumus kima yang bervariasi, kaya akan  $\text{HPO}_4^{2-}$  dan mempunyai rasio molar Ca dan P rendah. Selain ion kalsium dan fosfat, ion lain seperti  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  dapat masuk dan mengganggu struktur kalsium fosfat amorf.



2. Kalsium hidrogen fosfat dihidrat merupakan tahap awal proses pertumbuhan kristal hydroxyapatite. Kristal ini memiliki ukuran yang kecil sehingga dalam profil XRD masih tampak seperti amorf dan dihasilkan dari medium dengan pH dibawah 6.6 yang kemudian mengalami hidrolisis dan berubah menjadi oktakalsium fosfat.
3. Oktakalsium fosfat mempunyai struktur yang relatif mirip dengan hydroxyapatite.
4. Trikalsium fosfat memiliki kemungkinan yang kecil sebagai salah satu komponen mineral jaringan keras.
5. Hydroxyapatite merupakan fasa kristal senyawa fosfat yang paling stabil.

(Herawaty, 2018)

### **II.1.6 Hydroxyapatite**

*Hydroxyapatite* dengan struktur heksagonal yang memiliki rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  merupakan biomaterial yang berpotensi sebagai implan tulang maupun gigi, karena memiliki sifat biokompatibilitas, dan bioresorbabilitas. Karakteristik kimia dan kristalinitas *hydroxyapatite* yang mirip dengan sifat tulang dan gigi manusia, menyebabkan kehadirannya dalam tubuh mudah diterima. HAP adalah senyawa kalsium fosfat dan anggota kelompok mineral apatit dengan rumus kimia secara umum  $\text{M}_{10}(\text{RO}_4)\text{X}_2$ , dengan R biasanya merupakan unsur fosfor, M adalah salah satu dari unsur logam yang biasanya adalah unsur kalsium, dan X biasanya merupakan hidroksida atau unsur halogen. Diantara keunggulan material *hydroxyapatite* adalah memiliki komposisi dan struktur kristal yang mirip dengan tulang dan saat ini merupakan material yang paling banyak digunakan dalam aplikasi biomedis.(Noviyanti, 2019)

*Hydroxyapatite* merupakan salah satu fase kalsium fosfat yang paling stabil dan mempunyai stabilitas tinggi. *Hydroxyapatite* dengan formula  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  merupakan komponen utama penyusun tulang dan gigi manusia. Kemiripan kandungan komposisi kimia yang terdapat pada *hydroxyapatite* dan tulang dan gigi, menjadikan material *hydroxyapatite* umum diaplikasikan dalam bidang biomedis dan implantologi. *Hydroxyapatite* memiliki berat mencapai 69% dari berat tulang murni dan merupakan senyawa paling stabil dalam carian tubuh. Kelebihan dari



hydroxyapatite adalah biocompatible,bioactive,bioresorbable, biodegradable, berpori dan tidak korosif. Hal tersebut membuat hydroxyapatite dapat dijadikan biomaterial pengganti tulang dan gigi. (Yusuf, 2019)

II.1.7 Sifat-Sifat Hydroxyapatite

Sifat biokimia dan mekanik dari hydroxyapatite sama dengan yang dimiliki oleh tulang dan gigi. Struktur molekul mereka juga sama, meskipun sifat pasti dari komposit, mineral dan protein. (Suryadi, 2012)

Sifat kimia dan mekanik yang dimiliki hydroxyapatite disajikan pada tabel II.6. Sifat-sifat hydroxyapatite ini mengakibatkan material hydroxyapatite banyak digunakan sebagai material pelapis implan tulang dan berbagai aplikasi bidang media lainnya. (Yusuf, 2019)

Tabel II.6 Sifat Mekanik dan Kimia Hydroxyapatite

Table with 2 columns: Kandungan/sifat, Keterangan. Rows include: Komposisi kimia (Ca10(PO4)6(OH)2), Rasio molar Ca/P (1,67), Melting point (°C) (1227), Struktur Kristal (Heksagonal), Modulus Young (Gpa) (80-110), Modulus elastic (Gpa) (114), Biocompatibility (Tinggi), Bioaktivitas (Tinggi), Biodegradasi (Rendah), Osteokonduktivitas (Tinggi).

Sumber: McMahan, 2017

Hydroxyapatite mempunyai komposisi yang mirip dengan email, gigi, dan tulang pada manusia (Tabel II.5). Hydroxyapatite dapat digunakan dalam aplikasi biomedis terutama untuk implan tulang, implan gigi, dan scaffold. Tabel II.7 menunjukkan perbandingan komposisi email, gigi, tulang, dan HAp.

Tabel II.7 Perbandingan komposisi email, gigi, tulang, dan HAp.

Table with 5 columns: Komposisi, Email, Gigi, Tulang, Hydroxiapatit. Rows include: Kalsium (Ca)(%), Fosfat (P)(%), Ca/P, Jumlah inorganik (%).



## LAPORAN HASIL PENELITIAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HYDROXYAPATITE DARI CANGKANG KUPANG MERAH (*MUSCULISTA SENHAUSIA*) DENGAN METODE PRESIPITASI

Jumlah organik (%)	1,5	20	25	
Air (%)	1,5	10	10	

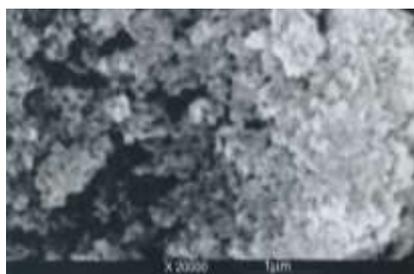
Sumber: Desai, 2017

*Hydroxyapatite* mempunyai rasio molar Ca/P secara stoikiometri sebesar 1,67 dan merupakan mineral kalsium fosfat yang paling stabil secara termodinamik pada pH tubuh manusia dan berperan aktif dalam pengikatan jaringan tulang. (Yusuf, 2019)

### II.1.8 Karakteristik *Hydroxyapatite*

Beberapa teknik karakterisasi digunakan untuk mengetahui karakteristik dari material yang dihasilkan pada penelitian ini. Pengujian dilakukan untuk memastikan apakah material yang dihasilkan adalah HAp dengan sifat-sifat yang sebelumnya ingin diketahui. Beberapa pengujian tersebut adalah *Thermogravimetry (TG)*, *X-Ray Diffractometer (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. (Suryadi, 2012)

Salah satu pengujian pada karakteristik hidroksiapatit yaitu mikroskop elektron microscopy (SEM) digunakan untuk melihat ukuran kristal HAp yang terbentuk. Gambar 2 memperlihatkan foto mikroskop elektron HAp dengan pembesaran 20.000 kali.



Gambar 2. Foto SEM *Hydroxyapatite* dengan pembesaran 20.000 kali

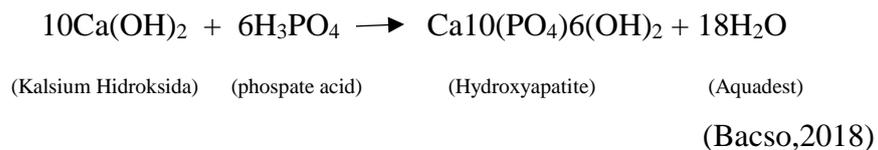
Jelas terlihat pada gambar bahwa HAp tersusun atas kristal dengan ukuran dalam orde nano (50-100 nm) dengan metode basah. Hal ini membuktikan bahwa asumsi metode basah (wet method) secara teoritis menghasilkan HAp dengan ukuran kristal nano meter. HAp dengan partikel nano sangat bermanfaat sebagai substitusi tulang, karena tulang tersusun atas komponen inorganic terutama HAp dengan struktur nano kristal. Selain itu nano kristal akan lebih mudah diserap tubuh karena mempunyai luas permukaan yang besar. (Darwis, 2018)



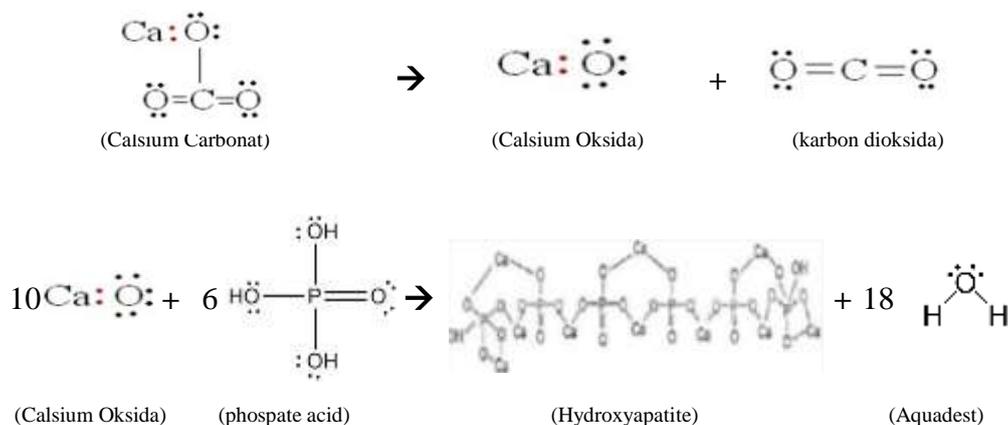
## II.2 Landasan Teori

### II.2.1 Sintesis Hydroxyapatite

*Hydroxyapatite* dapat disintesis menggunakan prekursor kalsium dan prekursor fosfat. Presekutor kalsium berupa  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dapat diperoleh dengan mereaksikan kalsium oksida dan air. Prekursor fosfat yang berupa asam fosfat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) berfungsi menambahkan ion fosfat pada sintesis *hydroxyapatite*. Penggunaan asam fosfat dipilih karena reaksi antara kalsium oksida dengan asam fosfat menghasilkan *hydroxyapatite* dan air. Kandungan air mudah dihilangkan dengan proses pemanasan sehingga dihasilkan *hydroxyapatite*, sedangkan garam fosfat seperti  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  akan menghasilkan hasil samping seperti kation  $\text{NH}_4^+$  yang dapat tersubstitusi pada kristal *hydroxyapatite*. Reaksi yang terjadi pada sintesis *hydroxyapatite* adalah sebagai berikut:



### II.2.2 Mekanisme Reaksi



Gambar 3. Mekanisme Reaksi Pembentukan Sintesis Hydroxyapatite

(Wang,2015)

### 1. Proses Kalsinasi



(Calsium Carbonat)    (Calsium Oksida)    (karbon dioksida)

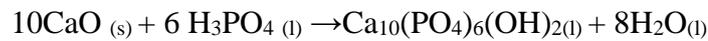
Kalsium karbonat dalam cangkang kupang merah dikalsinasi sehingga membentuk kalsium oksida dan karbon dioksida.



## LAPORAN HASIL PENELITIAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HYDROXYAPATITE DARI CANGKANG KUPANG MERAH (*MUSCULISTA SENHAUSIA*) DENGAN METODE PRESIPITASI

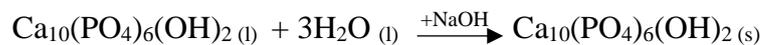
### 2. Sintesis *Hydroxyapatite*



(Calcium Oksida) (phosphate acid) (Hydroxyapatite) (Aquadest)

Bahan baku berupa serbuk cangkang kupang merah yang telah dikalsinasi direaksikan dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , kemudian akan menghasilkan produk berupa  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  dengan fasa liquid.

### 3. Presipitasi ( pengendapan)



(Hydroxyapatite fase liquid) (Aquadest) (Hydroxyapatite solid)

$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  dengan fasa liquid ditambahkan dengan Natrium Hidroksida (NaOH) sebagai pembentuk pH basa dan sebagai pengendap dalam metode presipitasi, sehingga dihasilkan  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  dengan fasa solid yang ditandai dengan adanya endapan putih dalam larutan.

#### II.2.3 Jenis, Kelebihan, dan Kekurangan Metode Sintesis

Sintesis *hydroxyapatite* dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya adalah :

1. Metode hidrotermal, menggunakan reaksi hidrotermal (dari larutan menjadi padatan) dan menghasilkan *hydroxyapatite* dengan kristal tunggal. Menurut Yelmida (2017) memiliki kemurnian sebesar 76,4%.
2. Metode alkoksida, menggunakan reaksi hidrolisa (dari larutan menjadi padatan) dan biasanya digunakan untuk membuat lapisan tipis (thin film). Menurut Puspita (2017) *hydroxyapatite* yang dihasilkan mempunyai kemurnian sebesar 85%.
3. Metode fluks, menggunakan reaksi peleburan garam (dari pelelehan menjadi padatan), menghasilkan *hydroxyapatite* kristal tunggal yang mengandung unsur lain seperti boron apatit, fluorapatit, dan kloroapatit.
4. Metode sol-gel yang menghasilkan serbuk *hydroxyapatite* dengan ukuran butir yang relatif homogen. Teknik ini digunakan pada tekanan tinggi sebesar 120 MPa. Memiliki kekurangan dengan prosesnya yang rumit dan membutuhkan biaya yang mahal.



## LAPORAN HASIL PENELITIAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HYDROXYAPATITE DARI CANGKANG KUPANG MERAH (*MUSCULISTA SENHAUSIA*) DENGAN METODE PRESIPITASI

---

5. Metode kering, menggunakan reaksi padat (dari padatan menjadi padatan) dan menghasilkan serbuk *hydroxyapatite* dengan butir halus. Metode ini menggunakan reaksi antara padatan dengan padatan. Menurut Suci (2020) memiliki kekurangan yaitu kemurniannya rendah sebesar 68,04%.
6. Metode basah, menggunakan reaksi cairan (dari larutan menjadi padatan), merupakan metode yang umum digunakan karena sederhana dan menghasilkan serbuk *hydroxyapatite* dengan sedikit kristal atau amorf. Menurut Rumengan (2020) memiliki kelebihan yaitu kemurnian *hydroxyapatite* yang tinggi pada suhu 700°C sebesar 100% , dan kristalinitas sebesar 96,674% serta tidak memerlukan pelarut organik. (Puspita, 2017)

### II.2.4 Kalsinasi

Kalsinasi adalah proses pemanasan, penghilangan kandungan air, karbon dioksida atau gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan materi pada temperatur tinggi dibawa titik leleh dari zat penyusun materi. Kalsinasi adalah dekomposisi termal atau penguraian temperatur yang dilakukan terhadap materi agar terjadi dekomposisi dan mengeliminasi senyawa yang berikatan secara kimia dengan materi. Panas diperlukan untuk melepas ikatan kimia karena dengan panas maka ikatan kimia akan menjadi renggang dan pada temperatur tertentu atom-atom yang berikatan akan bergerak sangat bebas menyebabkan terputusnya ikatan kimia (Pudjiastuti,2017). Menurut (Puspita,2017) ketika dilakukan proses kalsinasi pada cangkang telur ayam ras menghasilkan tingkat kristalinitas hidroksiapatit yang lebih tinggi dibandingkan dengan tanpa adanya proses kalsinasi.

### II.2.5 Presipitasi (Pengendapan)

Metode presipitasi adalah pencampuran asam dengan basa yang menghasilkan padatan kristalin(garam hasil reaksi) dan air. Dengan kata lain, metode presipitasi adalah metode pengendapan masing-masing material dasar dengan suatu reaktan. Hasil pengendapan tersebut kemudian digabungkan untuk pembentukan senyawa yang diharapkan secara stoikiometris. Metode presipitasi dilakukan dengan cara zat aktif dilarutkan ke dalam pelarut, lalu ditambahkan larutan lain yang bukan pelarut. Hal ini menyebabkan larutan menjadi jenuh dan terjadi nukleasi yang cepat sehingga membentuk nanopartikel. Pada besi oksida



metode presipitasi mempengaruhi beberapa sifat material dasar seperti fase yang terbentuk impuritas dan aglomerasi. (Yusuf,2019)

Reaksi presipitasi atau pengendapan adalah reaksi pembentukan padatan dalam larutan atau di dalam padatan lain selama reaksi kimia. Pengendapan juga dapat terjadi karena adanya difusi dalam padatan. Ketika reaksi terjadi dalam larutan cair, padatan terbentuk disebut sebagai endapan sedangkan bahan kimia yang menyebabkan adanya padatan disebut pengendap.

Pengendapan dapat terjadi jika konsentrasi senyawa melebihi kelarutan. Pengendapan dapat terjadi dengan cepat dari larutan jenuh. Dalam padatan, pengendapan terjadi jika konsentrasi salah satu padatan berada di atas batas larutan. (Ningsih,2018)

### **II.2.6 Keuntungan-keuntungan Metode Pengendapan**

Metode pengendapan (*precipitation*), jika dibandingkan dengan beberapa metode yang telah disebutkan sebelumnya, memiliki beberapa keuntungan yang membuatnya banyak dipergunakan di dalam sintesis HAp. Beberapa keuntungan-keuntungan tersebut adalah sebagai berikut ini;

1. *Hydroxyapatite* yang dapat disintesis relative besar (87%), tanpa menggunakan pelarut organik.
2. Proses yang sederhana sehingga cocok untuk produksi skala besar (industri).
3. Tidak adanya elemen kontaminan asing dan hasil sampingannya adalah air.
4. Membutuhkan reagen-reagen yang relatif murah dan produk CaP dengan komposisi fasa yang bervariasi dapat diperoleh.
5. Meskipun proses ini bergantung pada variable-variable seperti; pH, waktu penuaan (*aging*), temperatur, dan lain-lain, tapi proses ini efektif dan relatif murah (Yusuf, 2019)

### **II.2.7 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Presipitasi**

1. Konsentrasi asam fosfat

Konsentrasi asam fosfat erat hubungannya dengan pH yang diperoleh pada akhir sintesis dan kestabilan suspensi. Semakin besar konsentrasi asam fosfat tyang digunakan maka semakin asam larutan tersebut, sehingga Hydroxyapatite mudah larut.Konsentrasi asam phospat juga akan mempengaruhi kristalinitas



## LAPORAN HASIL PENELITIAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HYDROXYAPATITE DARI CANGKANG KUPANG MERAH (*MUSCULISTA SENHAUSIA*) DENGAN METODE PRESIPITASI

---

dan kemurnian *hydroxyapatite* (Yusuf,2019). Menurut (Syafaat,2017) pada penelitiannya didapatkan hasil hidroksiapatit murni dengan konsentrasi asam phospat 85%.

### 2. Kecepatan pengadukan

Kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi sintesis *Hydroxyapatite*. Perlu dilakukan pengadukan yang kuat agar dapat menghasilkan endapan homogen. Pengadukan yang tidak cukup dapat menyebabkan terbentuknya monolit ( $\text{CaHPO}_4$ ) dan brushite ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). (Yusuf,2019). Menurut (Haris, 2017) pada penelitiannya didapatkan hasil endapan yang homogen dengan kecepatan pengadukan 300 rpm.

### 3. Waktu pengadukan

Lamanya waktu pengadukan berpengaruh pada besarnya persentase *hydroxyapatite* yang dihasilkan. Semakin lama waktu pengadukan maka persentase HAp yang dihasilkan semakin banyak. Material *hydroxyapatite* dengan waktu pengadukan 60 menit memiliki kristalinitas yang tinggi. (Yusuf,2019)

### 4. Suhu reaksi (Suhu Pengendapan)

Kenaikan suhu reaksi pada pembuatan *hydroxyapatite* akan meningkatkan derajat kristalinitas. Suhu yang lebih tinggi diperlukan untuk meningkatkan laju reaksi pembentukan HAp, walaupun pengendapan HAp juga dapat terjadi pada suhu kamar. Suhu reaksi menentukan apakah kristal *hydroxyapatite* adalah monokristalin atau polikristalin. Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Arrafiqie,2016) digunakan variasi suhu reaksi. Hasil yang diperoleh pada suhu 110°C dalam pembuatan HAp, memiliki puncak  $\text{PO}_4$  dan OH yang lebih tajam dibandingkan pada suhu reaksi 160°C dan 180°C.

### 5. pH

Logam berat sangat stabil dalam suasana asam, sehingga terlarut dalam air dan tidak dapat membentuk padatan. PH yang tinggi berbanding lurus dengan besarnya konsentrasi ion hidroksida dalam larutan. Ketika ion hidroksida ditambahkan pada sampel limbah yang mengandung logam berat, maka akan



terbentuk endapan logam hidroksida. Sintesis *hydroxyapatite* dengan pH 10 memiliki rendemen tertinggi. (Wardiana,2019)

### **II.2.8 Analisis XRD**

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi bahan kristal. Difraktometer sinar-X terdiri dari tiga elemen dasar yaitu Tabung sinar-X, tempat sampel, dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan dalam tabung sinar katoda untuk menghasilkan elektron, ketika elektron sudah cukup energi maka elektron akan dilepas dan karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Sinar-X ini dikumpulkan dan diarahkan ke sampel. Sebagian sampel dan detektor diputar, intensitas sinar-X yang dipantulkan adalah tercatat. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X ini dan mengubah sinyal menjadi menghitung kecepatan, yang kemudian dikeluarkan ke perangkat seperti printer atau monitor komputer. (He,2019)

### **II.2.9 Analisis XRF**

X-Ray adalah teknik analisis yang menggunakan sinar-X untuk mengetahui komposisi dari suatu bahan. (Bacso,2018). Prinsip kerja dari analisa XRF ialah terbentuknya sinar-X sekunder (atau berfluoresensi) yang terjadi saat suatu benda terkena sinar-X radiasi. Foton dari berkas sinar-X primer (sinar datang) dengan energi antara 5 dan 100 keV memindahkan elektron dalam orbital atom dan membentuk permukaan sampel. Sinar-X sekunder terbentuk saat elektron dari orbital yang lebih tinggi melepaskan energi untuk mengisi rongga di orbital yang lebih rendah. Sinar-X sekunder yang dipancarkan oleh sampel akan digunakan oleh detektor XRF untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan. (Rouessac, 2017)

### **II.2.10 Analisis SEM**

SEM (Scanning Electron Microscope) adalah salah satu jenis mikroskop electron yang menggunakan berkas electron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Prinsip kerja dari SEM ini adalah dengan menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas electron yang dipantulkan dengan energy tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas electron akan memantulkan kembali berkas electron atau dinamakan berkas



electron sekunder ke segala arah. Tetapi dari semua berkas electron yang dipantulkan terdapat satu berkas electron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detector yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas electron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang dianalisis. Selain itu juga dapat menentukan lokasi berkas electron yang berintensitas tertinggi itu.

Ketika dilakukan pengamatan terhadap material, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron yang ber intensitas tertinggi di – scan keseluruhan permukaan material pengamatan. Karena luasnya daerah pengamatan kita dapat membatasi lokasi pengamatan yang kita lakukan dengan melakukan zoon – in atau zoon – out. Dengan memanfaatkan berkas pantulan dari benda tersebut maka informasi dapat di ketahui dengan menggunakan program pengolahan citra yang terdapat dalam computer. (Hamid,2018)

### **II.3 Hipotesa**

Kandungan kalsium dalam cangkang kupang merah diduga dapat diolah menjadi salah satu turunan senyawa Kalsium Fosfat yang berada dalam 10 kemungkinan konfigurasi yaitu *hydroxyapatite* melalui reaksi presipitasi. Variasi pH dan suhu sintering diduga mempengaruhi rasio Ca/P dan kristalinitas pada *hydroxyapatite* yang dihasilkan.