



**LAPORAN AKHIR
PROGRAM KREATIFITAS MAHASISWA**

**PEMANFAATAN LIMBAH CANGKANG KERANG DARAH (*Anadara granosa*
Linn.) DALAM SINTESIS NANOHIKROKSIPATIT SEBAGAI *BONE IMPLAN*
UNTUK KERUSAKAN TULANG**

**BIDANG KEGIATAN:
PKM PENELITIAN**

Diusulkan oleh:

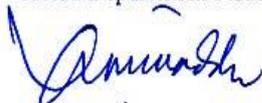
HANDRA HAFISKO	G74100053	2010
ARDIYANTO	G74100032	2010
MAYCEL TRIXI	B04120072	2012

**INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2014**

PENGESAHAN USULAN PKM - PENELITIAN

- | | |
|---------------------------------------|---|
| 1. Judul Kegiatan | : Pemanfaatan limbah cangkang kerang darah (<i>Anadara granosa</i> Linn.) dalam sintesis nanohidroksiapatit sebagai <i>bone implan</i> untuk kerusakan tulang. |
| 2. Bidang Kegiatan | : (√) PKMP () PKMK () PKM-KC () PKMT () PKMM |
| 3. Ketua Pelaksana Kegiatan | |
| a. Nama Lengkap | : Handra Hafisko |
| b. NIM | : G74100053 |
| c. Jurusan | : Fisika |
| d. Universitas | : Institut Pertanian Bogor |
| e. Alamat Rumah dan HP | : Babakan Raya, Gang Bara 3 /085363044490 |
| f. Alamat email | : handrahafisko@yahoo.com |
| 4. Anggota Pelaksana Kegiatan/Penulis | : 2 orang |
| 5. Dosen Pendamping | |
| a. Nama Lengkap dan Gelar | : Dr. Kiagus Dahlan |
| b. NIDN | : 0007056013 |
| c. Alamat Rumah dan No Tel./HP | : Jalan. Suralaya No. 9 Laladon Indah Bogor/08129978640 |
| 6. Biaya Kegiatan Total | : Rp 10.500.000,00 |
| a. Dikti | : Rp 10.500.000,00 |
| b. Sumber lain | : - |
| 7. Jangka Waktu Pelaksanaan | : 5 bulan |

Bogor, 5 Juni 2014
Ketua Departemen Fisika FMIPA IPB



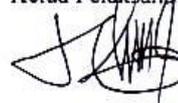
Dr. Akhifuddin Maddu
NIP. 19660907 199802 1006



Wakil Rektor Bidang Akademik dan
Kehasiswaan

Prof. Dr. Ir Yonny Koesmaryono, MS
NIP. 19581228 98503 1 003

Ketua Pelaksana Kegiatan



Handra Hafisko
NIM. G74100053

Dosen Pendamping



Dr. Kiagus Dahlan
NIP. 19600507 198703 1 003

RINGKASAN

Tulang merupakan jaringan keras tubuh manusia yang tersusun atas kalsium fosfat. Tingginya angka kecelakaan di Indonesia baik kecelakaan kerja maupun kecelakaan lalu lintas mengakibatkan tingginya angka kerusakan pada tulang. *Bone Implan* adalah suatu metode yang digunakan untuk membantu meregenerasi kerusakan tulang. Banyak material yang biasa digunakan untuk *bone implan* salah satunya kalsium fosfat. Kalsium fosfat merupakan bahan keramik biomaterial yang baik untuk tulang karena bersifat bioaktif dan memiliki biokompatibilitas yang baik karena memiliki komposisi yang sama dengan tulang. Senyawa kalsium fosfat yang paling baik dan aman digunakan untuk substrat implan tulang adalah hidroksiapatit dengan rumus kimia $(Ca_{10}(PO_4)_6OH_2)$ karena memiliki sifat fase paling stabil, tidak korosi dan tidak beracun. Senyawa hidroksiapatit ini disintesis dari kalsium dan fosfat, sumber kalsium dapat kita temukan disekitar kita dengan memanfaatkan limbah cangkang-cangkang salah satunya cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.). Sebagian besar kandungan mineral dalam cangkang adalah kalsium yang dapat digunakan untuk mensintesis hidroksiapatit. Penelitian tentang nanopartikel sedang berkembang pesat karena dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, elektronik, optis, dan biomedis. Keuntungan penggunaan nanopartikel dalam bidang biomedis adalah dari segi ukuran dan karakteristik permukaan nanopartikel mudah dimanipulasi untuk mencapai target pengobatan. Hidroksiapatit dalam struktur nanometer telah terbukti meningkatkan adhesi sel, proliferasi dan diferensiasi yang dibutuhkan oleh jaringan tubuh. Mengingat hidroksiapatit akan ini akan dimasukkan kedalam tubuh, dibutuhkan metode yang aman dan tidak memberi pengotor pada sampel. Ultrasonikasi adalah metode yang biasa digunakan untuk memecah molekul menjadi lebih kecil dengan menembakan gelombang ultrasonik. Metode ini dianggap paling aman terhadap hidroksiapatit karna tidak memberi pengotor berupa zat lain. Oleh karna itu hidroksiapatit disintesis dalam ukuran nanometer dengan sumber kalsium dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.).

Kata kunci : Tulang, *bone implan*, nanohidroksiapatit, kerang darah, ultrasonikasi

DAFTAR ISI

BAB 1 PENDAHULUAN	6
LATAR BELAKANG	6
RUMUSAN MASALAH	7
TUJUAN PENELITIAN	7
LUARAN YANG DIHARAPKAN	7
KEGUNAAN PROGRAM	8
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	9
Cangkang kerang darah (<i>Anadara granosa</i> Linn.)	9
Hidroksiapatit	10
Nanopartikel	11
Ultrasonikasi	12
BAB 3 METODE PELAKSANAAN PENELITIAN	13
Preparasi Sampel Cangkang Kerang Darah	13
Proses kalsinasi	13
Penggerusan (penghalusan)	Error! Bookmark not defined.
Karakterisasi XRD	13
Karakterisasi PSA	13
Proses Ultrasonikasi	14
Karakterisasi PSA	Error! Bookmark not defined.
Proses Presipitasi	14
Aging	Error! Bookmark not defined.
Proses Penyaringan	Error! Bookmark not defined.
Proses pengeringan dan <i>Sinterring</i>	14
Karakterisasi XRD dan PSA	Error! Bookmark not defined.
Karakterisasi PSA	Error! Bookmark not defined.
Analisa Data	15
BAB 4 HASIL YANG DICAPAI	15
HASIL KARAKTERISASI XRD (Sebelum dianalisis)	Error! Bookmark not defined.
Hasil Analisis XRD (Analisis Fasa) dan Ukuran Partikel (Analisis PSA)	Error! Bookmark not defined.
Fasa CaO hasil karakterisasi XRD	15
Fasa HA dari CaO yang diultrasonikasi hasil karakterisasi XRD	16
HASIL KARAKTERISASI PSA	Error! Bookmark not defined.

DAFTAR GAMBAR

1. Cangkang kerang darah (<i>Anadara Granosa</i> Linn.)	9
2. Struktur Hidroksiapatit	11
3. Pola XRD CaO (a) sebelum ultrasonikasi, (b) setelah ultrasonikasi	15
4. Pola XRD Hidroksiapatit kontrol	16
5. Pola XRD Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi 30 menit	16
6. Pola XRD Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi 1 jam	16
7. Pola XRD Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi 2 jam	17
8. Grafik ukuran partikel hasil analisis PSA	19

DAFTAR TABEL

1. Komposisi kimia serbuk cangkang kerang darah (<i>Anadara granosa</i> Linn.)	10
2. Tabel efisiensi massa cangkang kerang darah setelah kalsinasi Error! Bookmark not defined.	
3. Parameter kisi sampel	17
4. Ukuran partikel kontrol	18
5. Ukuran partikel CaO yang diultrasonikasi 30 menit	18
6. Ukuran partikel CaO yang diultrasonikasi 1 jam	18
7. Ukuran partikel CaO yang diultrasonikasi 2 jam	18
8. Ukuran partikel HA dari CaO yang diultrasonikasi 30 menit	18
9. Ukuran partikel HA dari CaO yang diultrasonikasi 1 jam	18
10. Ukuran partikel HA dari CaO yang diultrasonikasi 2 jam	19

DAFTAR LAMPIRAN

1. Penggunaan Biaya	20
2. Bukti Pendukung Kegiatan	22
3. Data JCPDS	24
4. Bukti pembayaran	27

BAB 1 PENDAHULUAN

LATAR BELAKANG

Semua jaringan keras tubuh manusia mengandung komponen anorganik yang terdiri dari kalsium fosfat. Tulang mempunyai peranan yang penting, diantaranya adalah sebagai pelindung organ tubuh, tempat menempelnya otot-otot, serta sebagai penopang tubuh manusia. Kerusakan pada jaringan tubuh manusia dapat disebabkan oleh banyak hal. Salah satu diantaranya adalah kecelakaan yang terjadi dalam kehidupan sehari-hari seperti kecelakaan kerja, kecelakaan lalu lintas, dan kecelakaan lainnya yang kerap menimbulkan luka dan terjadinya keretakan pada tulang. *Bone plate* merupakan komponen yang digunakan sebagai media pada proses pemulihan tulang yang retak maupun patah.

Wilayah Indonesia yang sebagian besar perairan, didalamnya hidup berbagai jenis kerang salah satunya kerang darah (*Anadara granosa* Linn.). Berbagai jenis kerang ini pada umumnya belum dimanfaatkan secara maksimal, kebanyakan hanya bagian isi kerangnya yang dijadikan sebagai makanan yang kaya protein, sementara bagian cangkang dibuang atau hanya dijadikan hiasan. Padahal cangkang kerang yang sebagian besar tersusun atas kalsium bisa dimanfaatkan untuk mensintesis Hidroksiapatit sebagai *bone plate* pada proses pemulihan kerusakan tulang.

Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) memiliki biokompatibilitas yang baik terhadap kontak langsung dengan tulang. Hidroksiapatit senyawa mineral apatit yang memiliki sifat fase paling stabil, tidak korosi, tidak beracun, dan bioaktif. Hidroksiapatit ini digunakan sebagai pelapis tulang yang dimasukkan ke dalam tubuh manusia. Hidroksiapatit ini merupakan salah satu kristal kalsium fosfat yang memberikan sifat keras pada tulang.

Berbagai teknik telah diterapkan untuk penyusunan struktur mikro hidroksiapatit, termasuk konversi hidrotermal dan penyemprotan termal. Namun, hanya ada beberapa jurnal mengenai nanohidroksiapatit. Hidroksiapatit dengan struktur nano telah terbukti meningkatkan adhesi sel, proliferasi dan diferensiasi yang dibutuhkan untuk fungsi jaringan. Bahkan, struktur nano menunjukkan kapasitas pengisian jauh lebih tinggi, yaitu 16 kali lebih tinggi dibandingkan dengan biokeramik yang tersedia secara komersial yang masih dalam ukuran mikrometer dan tidak keropos.

Untuk tingkat kerusakan parah pada tulang biasanya menggunakan paduan logam sebagai substrat implan tulang untuk penyambungan tulang (Langenati R, 2003). Tidak sembarang jenis logam bisa digunakan sebagai implan pada tulang. Logam yang digunakan sebagai implan pada tulang harus memiliki sifat non toksik, kuat, tahan korosi, kadar impuritas rendah dan mudah dibentuk. Namun beberapa sifat dari logam menjadi kendala dalam biokompatibilitas dengan media interaksinya (tubuh manusia). Kendala tersebut diantaranya korosi lokal, pelarutan dari permukaan, tidak dapat meregenerasi tulang baru, membatasi fungsi organ, serta mempengaruhi bioaktivitas dalam tubuh. Selain ini produk hasil korosi akan bereaksi dengan tubuh dan akan menyebabkan kegagalan implan dini.

Ketahanan korosi dapat ditingkatkan dengan cara melapisi logam dengan suatu material yang biokompatibel terhadap tubuh. Material tersebut harus cenderung tidak bereaksi (inert) ketika digunakan sebagai pengganti fungsi dari jaringan tubuh yang berkontak langsung dengan cairan tubuh. Salah satu material yang dapat digunakan untuk melapisi logam pen ialah hidroksiapatit. Hidroksiapatit dalam ukuran nanometer akan membentuk lapisan tipis pada logam yang aman berkontak langsung dengan tubuh.

RUMUSAN MASALAH

Apakah limbah cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.) dapat digunakan sebagai sumber kalsium untuk mensintesis membuat hidroksiapatit berukuran nanometer menggunakan metode ultrasonikasi dan bagaimana struktur, komposisi serta ukuran nanohidroksiapatit yang dihasilkan ?

TUJUAN PENELITIAN

Memproduksi nanohidroksiapatit dari kalsium cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.) dan menganalisis nanohidroksiapatit yang dihasilkan.

LUARAN YANG DIHARAPKAN

Adapun luaran (output) yang diharapkan dari riset ini adalah :

1. Adanya alternatif bahan pengganti kerusakan tulang pada manusia yang biokompatibel dan bioaktif terhadap tubuh manusia dengan memanfaatkan kalsium dari limbah cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.)

2. Nanohidroksiapatit yang dihasilkan dapat digunakan sebagai bahan pelapisan logam untuk implan tulang pada kecelakaan dan kerusakan parah pada tulang.

KEGUNAAN PROGRAM

Adapun kegunaan dari keseluruhan program riset ini adalah memanfaatkan limbah cangkang kerang yang melimpah di Indonesiadimana sebagian besar oleh masyarakat hanya dibuang atau dijadikan hiasan padahal cangkang kerang memiliki kadar kalsium yang sangat tinggi yang bisa dijadikan untuk mensintesis hidroksiapatit. Mengingat tingginya angka kecelakaan di Indonesia baik kecelakaan lalu lintas ataupun kecelakaan kerja yang mengakibatkan kerusakan pada tulang manusia oleh karena itu dibutuhkan material pengganti tulang untuk penyembuhan yang biakompatibel dan bioaktif terhadap tubuh. Dengan mensintesis hidroksiapatit berukuran nanometer dari kalsium cangkang kerang ini dapat menjadi alternatif penyembuhan dan regenerasi tulang yang rusak akibat kecelakaan tersebut. Hidroksiapatit berukuran nanometer juga bisa dimanfaatkan sebagai bahan pelapisan logam untuk implan tulang pada tingkat kerusakan parah pada tulang.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.)

Kerang merupakan jenis hewan bertubuh lunak (*mollusca*) yang termasuk pada kelas *bivalvia* (bercangkang dua). Cangkang kerang terdiri atas tiga lapisan yaitu periostrakum, prismatic dan nakreas. Periostrakum merupakan lapisan tipis dan gelap yang tersusun atas zat tanduk yang dihasilkan oleh tepi mantel sehingga sering disebut lapisan tanduk, fungsinya untuk melindungi lapisan yang ada di sebelah dalamnya dan lapisan ini berguna untuk melindungi cangkang dari asam karbonat dalam air serta memberi warna cangkang. Prismatic adalah lapisan tengah yang tebal dan terdiri atas kristal-kristal kalsium karbonat yang berbentuk prisma yang berasal dari materi organik yang dihasilkan oleh tepi mantel. Nakreas merupakan lapisan terdalam yang tersusun atas kristal-kristal halus kalsium karbonat. Kerang dimanfaatkan untuk berbagai kepentingan antara lain sebagai bahan makanan sumber protein. Kerang darah banyak ditemukan pada substrat yang berlumpur di muara sungai dengan topografi pantai yang landai sampai kedalaman 20 m. Kerang darah bersifat infauna yaitu hidup dengan cara membenamkan diri di bawah permukaan lumpur di perairan dangkal.



Gambar 1 Cangkang kerang darah (*Anadara Granosa* Linn.)

Klasifikasi kerang darah

Kerajaan : Animalia
Filum : *Mollusca*
Kelas : *Pelecypoda*
Sub Kelas : *Lamellibranchia*
Ordo : *Taxodonta*
Famili : *Taxodonta*

Genus : *Anadara*
Spesies : *Anadara granosa*

Kerang darah merupakan sumber protein yang penting sehingga banyak dikonsumsi oleh masyarakat. Ciri-ciri kerang darah mempunyai 2 keping cangkang yang tebal, elips dan kedua sisi sama, kurang lebih 20 rib, cangkang berwarna putih ditutupi periostrakum yang berwarna kuning kecoklatan sampai coklat kehitaman. Ukuran kerang dewasa 6-9 cm.

Cangkang kerang jika dipanaskan pada suhu di bawah 500 °C tersusun atas kalsium karbonat (CaCO₃) pada *phase aragonite* dengan struktur kristal orthorombik. Sedangkan pada suhu di atas 500 °C berubah menjadi fase kalsit dengan struktur kristal heksagonal. Banyaknya kandungan mineral kalsium sebagai pembentuk tulang dan mineral (Cu, Fe, Zn, dan Si) yang berfungsi sebagai antioksidan serta proksimat dari kerang darah (*Anadara granosa* Linn.) dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Komposisi kimia serbuk cangkang kerang darah (*Anadara granosa* Linn.)

No.	Komponen	Kandungan (% berat)
1	CaCO ₃	98,7
2	Na	0,9
3	P	0,02
4	Mg	0,05
5	Fe, Cu, Ni, B, Zn dan Si	0,02

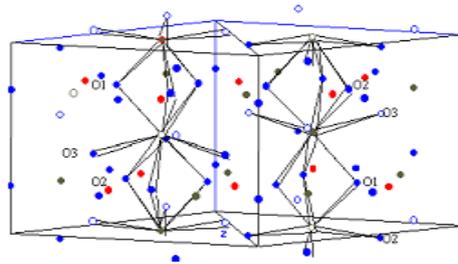
Hidroksiapatit

Senyawa kalsium fosfat adalah komponen utama mineral penyusun tulang. Senyawa kalsium fosfat tersebut merupakan material anorganik yang banyak digunakan untuk *implant* tulang karena memiliki sifat bioaktif dan biokompatibel. Senyawa kalsium fosfat yang dihasilkan bisa dalam fase kristal dan bisa juga dalam fase *amorf*. Trikalsium fosfat (Ca₃(PO₄)₂) dan hidroksiapatit (Ca₁₀(PO₄)₆OH₂) merupakan senyawa kalsium fosfat yang sering digunakan untuk *grafting* tulang pada saat ini. Bentuk kalsium fosfat yang paling stabil adalah hidroksiapatit (HAp).

Hidroksiapatit (HAp) atau Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ merupakan material keramik bioaktif dengan bioafinitas tinggi, bersifat biokompatibel terhadap tubuh manusia.

Hidroksiapatit juga merupakan senyawa kalsium fosfat dengan rasio Ca/P sekitar 1,67. Struktur kristal hidroksiapatit adalah heksagonal dengan parameter kisi a

$a = b = 9,4225 \text{ \AA}$ dan $c = 6,8850 \text{ \AA}$. Gambar 2 menunjukkan struktur kristal hidroksiapatit. Kristal apatit banyak mengandung gugus karbon dalam bentuk karbonat. Pada struktur hidroksiapatit, karbonat dapat menggantikan ion OH^- membentuk kristal apatit karbonat tipe A, dan bila menggantikan ion PO_4^{3-} membentuk kristal apatit tipe B. Pada umumnya, presipitasi pada temperatur rendah akan membentuk apatit karbonat tipe B, sedangkan apatit yang dipresipitasi dari reaksi pada suhu tinggi akan menghasilkan karbonat apatit tipe A.



Gambar 2 Struktur Hidroksiapatit

Terlihat bahwa unit sel terdiri dari dua subsel prisma segitiga rombig. Atom Ca ditunjukkan oleh warna hijau, atom fosfor ditunjukkan oleh warna merah, dan atom oksigen ditunjukkan oleh warna biru. Unit kristal HAp memiliki dua jenis atom Ca, yaitu Ca1 dan Ca2. Perbedaan keduanya terletak dari lokasi atom Ca tersebut. Terdapat dua kaca horizontal dalam unit sel HAp yaitu pada $z = \frac{1}{4}$ dan $z = \frac{3}{4}$ serta bidang tengah inversi tepat di tengah muka vertikal dari setiap subsel. Setiap subsel memiliki tiga pusat. Atom Ca1 puncak dan dasar masing-masing dihitung sebagai $\frac{1}{2}$ Ca1, sedangkan Ca1 tengah dihitung sebagai satu Ca1 sehingga setiap subsel memiliki dua atom Ca dari Ca1. Setiap unit sel memiliki enam atom Ca2, maka total atom Ca setiap unit sel adalah sepuluh yang terdiri dari empat atom Ca1 dan enam atom Ca2 (Riyani E, dkk. 2005).

Nanopartikel

Nanopartikel merupakan suatu teknik penyalutan bahan yang ukurannya sangat kecil dengan diameter rata-rata 10-1000 nm. Penelitian nanopartikel sedang berkembang pesat karena dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, elektronik, optis, dan biomedis. Keuntungan penggunaan nanopartikel sebagai sistem pengantaran terkendali obat adalah ukuran dan karakteristik permukaan nanopartikel mudah dimanipulasi untuk mencapai target pengobatan. Nanopartikel juga mengatur dan memperpanjang pelepasan obat selama proses

transport ke sasaran dan obat dapat dimasukkan ke dalam sistem peredaran darah dan dibawa oleh darah menuju target pengobatan. Dibandingkan mikropartikel, nanopartikel memiliki kelebihan antara lain daya serap intraseluler yang relatif tinggi (Reis CP, dkk. 2006).

Ultrasonikasi

Ultrasonikasi adalah teknik penggunaan gelombang ultrasonik terutama gelombang akustik dengan frekuensi lebih besar dari 20 kHz. Gelombang ultrasonik adalah rambat energi dan momentum mekanik sehingga membutuhkan medium untuk merambat sebagai interaksi dengan molekul. Perambatan gelombang ultrasonik yang dihasilkan oleh peralatan ultrasonik dalam medium gas, cair, dan tubuh manusia disebabkan oleh getaran bolak-balik partikel melewati titik kesetimbangan searah dengan arah rambat gelombangnya. Ultrasonikasi digunakan untuk memecah molekul polimer menjadi ukuran yang lebih kecil dengan energi ultrasonik.

BAB 3 METODE PELAKSANAAN PENELITIAN

Untuk mencapai tujuan yang ditargetkan pada penelitian ini dilaksanakan metode pelaksanaan sebagai berikut :

Preparasi Sampel Cangkang Kerang Darah

- a. Cangkang kerang darah disikat dan dibersihkan bagian luar dan dalam lalu dikeringkan.
- b. Setelah itu hancurkan menggunakan palu agar lebih mudah dimasukan ke dalam kursibel untuk proses kalsinasi.

Proses kalsinasi

- a. Siapkan dan cuci bersih kursibel beserta tutupnya
- b. Timbang masing-masing kursibel kosong tanpa tutup (beri tanda)
- c. Masukan kerang yang telah disiapkan pada proses sebelumnya ke dalam kursibel (usahakan tidak terlalu penuh, agar mudah untuk ditutup)
- d. Timbang kembali masing-masing *crussible* yang telah diisi cangkang kerang (tutup)
- e. Masukan 6 kursibel yang telah diisi cangkang kerang dan ditutup rapat kedalam *furnace*
- f. Atur suhu dan waktu

Karakterisasi XRD

Serbuk hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD di Laboratorium analisis bahan Departemen Fisika IPB, karakterisasi ini bertujuan untuk melihat kalsium yang terkandung dalam cangkang kerang darah agar dapat ditentukan jenis fosfat yang digunakan untuk proses pembentukan hidroksiapatit (HA). Timbang sampel sebanyak 200 mg, kemudian ditempatkan di dalam plat aluminium berukuran 2 x 2 cm.

Karakterisasi PSA

Particle Size Analyzer (PSA) merupakan karakterisasi untuk mengetahui ukuran suatu partikel. Sampel dimasukkan ke dalam dispersan yaitu aquades kemudian ditepatkan di dalam kuvet sebanyak 5 mL. Kemudian kuvet ditembakkan dengan sinar tampak sehingga terjadi dispersi. Karakterisasi ini bertujuan melihat ukuran awal dari serbuk cangkang kerang darah hasil kalsinasi.

Proses Ultrasonikasi

Sebanyak 5 gram serbuk kalsium hasil proses kalsinas dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan dicampur dengan aquades 100 mL. Selanjutnya, diultrasonikasi dengan frekuensi 20 kHz, daya 130 watt, dan amplitudo 40% dengan tiga variasi waktu (30 menit, 1 jam dan 2 jam). Setelah proses ultrasonikasi selesai, campuran disaring menggunakan kertas saring Whatman 41 dengan diameter 11 cm. Serbuk yang menempel pada kertas saring diambil menggunakan sudip lalu ditaruh ke dalam *crucible* dan dikeringkan di dalam inkubator selama 12 jam.

Proses Presipitasi

- a. Siapkan 2,8200 gram bubuk CaO setelah proses ultrasonikasi (letakkan pada alumunium voil)
- b. Siapkan 3,9600 gram $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$ (letakkan pada alumunium voil)
- c. Siapkan tabung 1 buah erlemeyer, 1 labu takar (100 ml), aquabides, *magnetig stirrer*, dan tabung beserta selang infus (pastikan semua alat dalam keadaan bersih dan kering)
- d. Larutkan bubuk CaO yang telah disiapkan dengan 100 ml aquabides dalam tabung erlemeyer (aduk dengan cara memutarnya) masukan *magnetig stirerr* dan tutup dengan penutupnya
- e. Larutkan H_3PO_4 pada 100 ml aquades dalam labu takar (gunakan miniskus bawah dan aduk dengan cara memutarnya)
- f. Letakan tabung erlemeyer diatas *stirerr* dan atur kecepatan 300 rpm dan waktu 2 jam 30 menit (pastikan tidak berbunyi)
- g. Gantungkan selang infus tepat diatas *stirerr*, masukan ujung selang kedalam labu erlemeyer melalui lobang yang ada ditutupnya
- h. Tuangkan larutan fospat ke dalam tabung diatas selang infus, atur kecepatan tetes fospatnya (1 tetes dalam 8 kali hitungan) sehingga 100 ml fospat tersebut habis tepat 2 jam 30 menit

Proses pengeringan dan Sintering

Proses pengeringan dilakukan menggunakan vurnace dengan suhu 110°C selama 5 jam. Proses ini untuk pembuatan HA menggunakan suhu 900°C , selama 5 jam dan waktu kenaikan suhu lebih kurang 3 jam (hampir sama dengan waktu kalsinasi).

Analisa Data

Penafsiran data dapat dilakukan setelah semua metode penelitian telah dilaksanakan. Setelah membandingkan data yang didapat dengan data yang telah ada, bisa ditarik kesimpulan apakah hidroksiapatit yang dihasilkan sudah berukuran nano atau tidak.

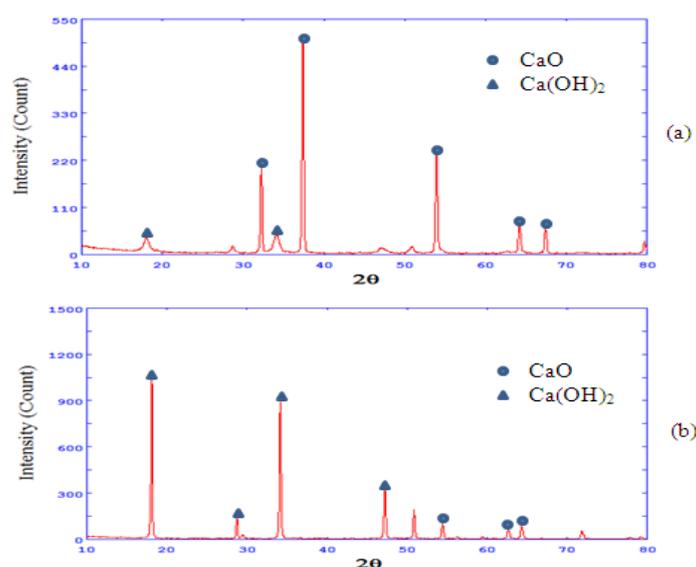
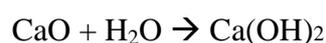
BAB 4 HASIL YANG DICAPAI

Fasa CaO hasil karakterisasi XRD

Uji XRD bertujuan untuk melihat fasa yang terbentuk, parameter kisi dari Hidroksiapatit dan kalsium yang dihasilkan. Sintesis hidroksiapatit (HA) pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan senyawa kalsium dari serbuk kerang darah dan fosfat dari diamonium hidrogen fosfat $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Cangkang kerang yang dipanaskan pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam menghasilkan senyawa kalsium oksida (CaO). Analisis hasil XRD dicocokkan dengan data JCPDS. Fase yang terbentuk pada pola difraksi sinar-X cangkang kerang darah sebelum dan sesudah diultrasonikasi ditunjukkan pada Gambar 9 (a dan b).

Dari analisis hasil XRD sampel CaO sebelum ultrasonikasi pada Gambar 9 (a), cangkang kerang darah setelah kalsinasi pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ terbentuk dalam fasa kalsium oksida (CaO). Dibuktikan dengan sudut 2θ 37.381° dan 53.908° yang merupakan sudut 2θ dari kalsium oksida berdasarkan data JCPDS.

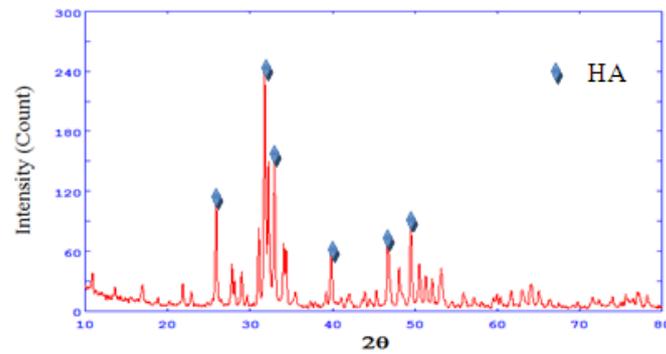
Gambar 9 (b) menunjukkan pola difraksi sinar-X setelah ultrasonikasi selama 2 jam dan dikeringkan dengan inkobator pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$. Hasil analisis ini menunjukkan terbentuknya puncak selain CaO. Dari data JCPDS puncak yang terbentuk adalah $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang dibuktikan dengan sudut 2θ yaitu 18.144° , 50.858° dan 54.407° . Munculnya fase $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pada serbuk cangkang kerang darah karena pada saat proses ultrasonikasi, CaO dicampur dengan H_2O sehingga menghasilkan $\text{Ca}(\text{OH})_2$.



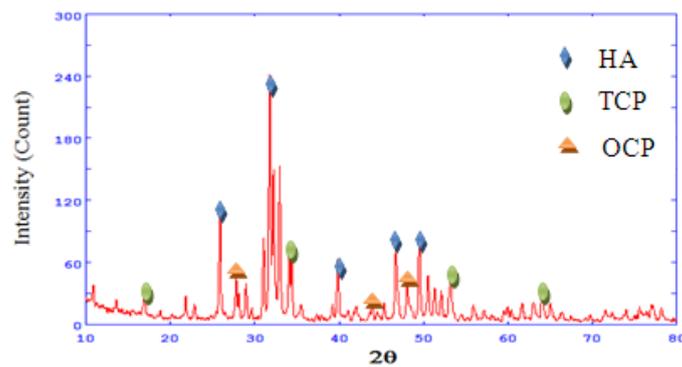
Gambar 3 Pola XRD CaO (a) sebelum ultrasonikasi, (b) setelah ultrasonikasi

Fasa HA dari CaO yang diultrasonikasi hasil karakterisasi XRD

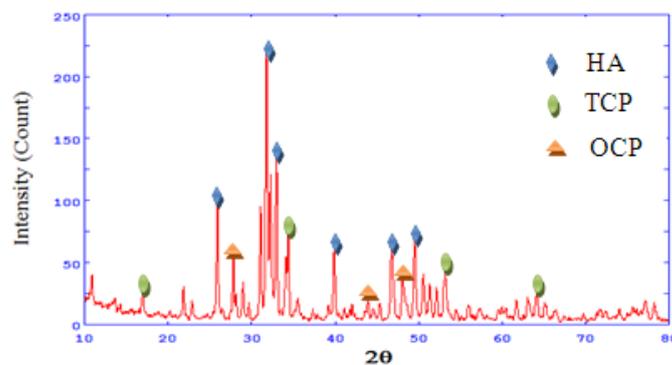
Fase yang terbentuk pada pola difraksi sinar-X Hidroksiapatit kontrol ditunjukkan pada Gambar 10 dan Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi ditunjukkan pada Gambar 11, 12 dan 13.



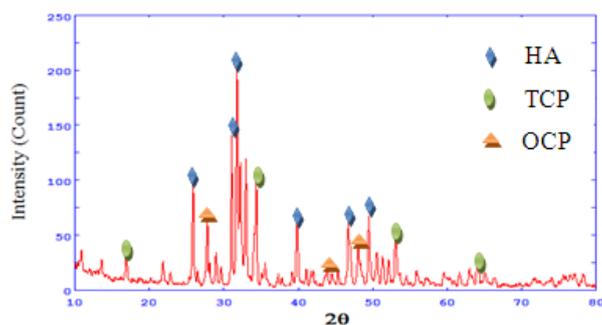
Gambar 4 Pola XRD Hidroksiapatit kontrol



Gambar 5 Pola XRD Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi 30 menit



Gambar 6 Pola XRD Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi 1 jam



Gambar 7 Pola XRD Hidroksiapatit dari CaO yang diultrasonikasi 2 jam

Hasil XRD dari Hidroksiapatit kontrol dapat dilihat mayoritas puncak yang terbentuk adalah HA, sesuai dengan data JCPDS HA yang dibuktikan dengan sudut 2θ pada 31.784° , 32.235° dan 49.494° . Sedangkan untuk sampel HA dari CaO yang diultrasonikasi mayoritas yang terbentuk juga HA, dibuktikan dengan puncak 2θ yang terbentuk pada sampel HA D yaitu 25.905° dan 31.776° . Sampel HA E yaitu 32.259° , 25.924° dan 49.504° . Sampel HA F yaitu 25.896° , 32.228° dan 49.482° . Tapi pada sampel HA dari CaO yang diultrasonikasi juga terdapat fasa lain diantaranya TCP dibuktikan dengan terbentuknya puncak yang cukup tinggi pada sudut 2θ yaitu 34.366° dan 53.532° untuk sampel HA D. Pada sampel HA E juga terdapat fasa ini ditunjukkan pada sudut 2θ yaitu 18.508° dan 34.975° . Sama halnya pada sampel HA F terdapat juga fasa TCP dibuktikan dengan puncak yang terbentuk pada sudut 2θ yaitu 33.063° dan 65.256° . Selain itu pada sampel HA D juga terdapat fasa *Calcium Hydrogen Phosphate Hydrate* (OCP) yang ditunjukkan pada sudut 2θ yaitu 28.176° dan 48.945° , sampel HA E fasa OCP yang ditunjukkan pada sudut 2θ yaitu 29.331° dan 43.439° , dan sampel HA F fasa ini ditunjukkan pada sudut 2θ yaitu 27.252° dan 49.446° data ini disesuaikan dengan data TPC dan OCP pada JCPDS.

Berdasarkan hasil analisis XRD Hidroksiapatit pada sampel HA D, HA E dan HA F masih banyak terdapat fasa lain selain HA dibandingkan dengan sampel HA kontrol. Salah satu fasa yang terbentuk adalah TCP dan OCP, fasa ini biasanya terbentuk pada rentang suhu 800°C sampai dengan 1120°C .⁶ Namun kehadiran fasa ini tidak berbahaya dan tidak memiliki efek samping ketika diimplankan kedalam tubuh.

Struktur unit kristal HAp berbentuk heksagonal dengan parameter kisi $a=b=9.418\text{ \AA}$ dan $c=6.881\text{ \AA}$. Dengan pola difraksi, parameter kisi dapat dihitung dengan menggunakan metode Cohe. Berdasarkan hasil perhitungan, pada Tabel 9 menunjukkan tingginya persentase ketepatan parameter kisi yakni kisaran 99% yang dihasilkan hampir di setiap sampel. Tingginya ketepatan parameter kisi yang dihasilkan dalam setiap sampel menunjukkan bahwa fase yang terkandung dalam sampel pada umumnya adalah HA.

Tabel 2 Parameter kisi sampel

Sampel	Parameter Kisi			
	a (\AA)	Ketepatan (%)	c (\AA)	Ketepatan (%)
Kontrol	9.47802	99.36	6.92249	99.44
HA D1	9.46589	99.49	6.91895	99.49
HA E1	9.44866	99.67	6.9273	99.37

HA F1

9.44409

99.72

6.90819

99.65

Hasil Karakterisasi PSA

Tabel 3 Ukuran partikel kontrol

no	sampel	rata-rata (nm)
1	CaO kontrol	517.53
2	HA kontrol	450.78

Hasil karakterisasi PSA CaO yang diultrasonikasi

Tabel 4 Ukuran partikel CaO yang diultrasonikasi 30 menit

no	sampel	ukuran (nm)
1	A1	434.46
2	A2	439.14
3	A3	407.95

Tabel 5 Ukuran partikel CaO yang diultrasonikasi 1 jam

no	sampel	ukuran (nm)
1	B1	198.75
2	B2	292.41
3	B3	254.86

Tabel 6 Ukuran partikel CaO yang diultrasonikasi 2 jam

no	sampel	ukuran (nm)
1	C1	331.13
2	C2	300.23
3	C3	362.21

Tabel 7 Ukuran partikel HA dari CaO yang diultrasonikasi 30 menit

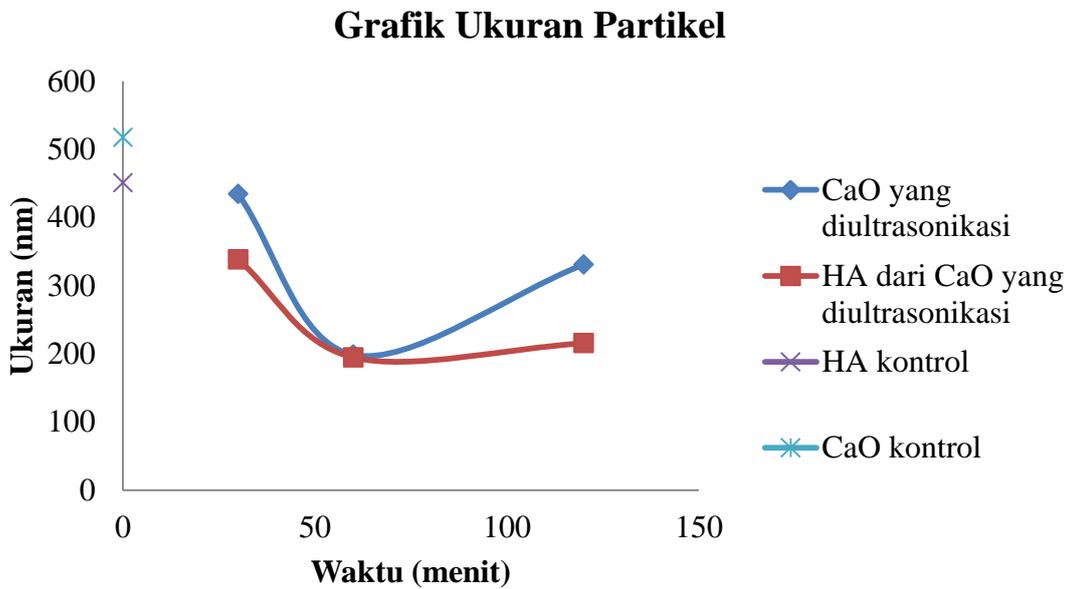
no	sampel	rata-rata (nm)
1	D1	338.48
2	D2	345.50
3	D3	375.79

Tabel 8 Ukuran partikel HA dari CaO yang diultrasonikasi 1 jam

no	sampel	rata-rata (nm)
1	E1	159.04
2	E2	187.16
3	E3	157.72

Tabel 9 Ukuran partikel HA dari CaO yang diultrasonikasi 2 jam

no	sampel	rata-rata (nm)
1	F1	215.61
2	F2	239.31
3	F3	194.85



Gambar 8 Grafik ukuran partikel hasil analisis PSA

Dari hasil karakterisasi PSA dapat dilihat pengaruh waktu ultrasonikasi dengan ukuran sampel. Perlakuan ultrasonikasi pada sampel memanfaatkan efek kavitasi yang mengakibatkan ukuran partikel sampel mengecil seiring bertambah lamanya waktu ultrasonikasi. Tapi dari data dapat dilihat rata-rata ukuran partikel sampel yang diultrasonikasi 1 jam lebih kecil dibandingkan yang diultrasonikasi 2 jam hal ini mungkin disebabkan sifat material yang berukuran nanometer yang mudah beraglomerasi. Suhu *sintering* yang tinggi meningkatkan energi kinetik atom-atom penyusun sehingga terjadi difusi dengan partikel yang berdekatan atau bersinggungan satu sama lain dan terjadi pengikatan partikel bersama (teraglomerasi), hal ini menyebabkan ukuran partikel semakin besar. Selain itu pada proses ultrasonikasi pada cairan memiliki berbagai parameter, seperti frekuensi, tekanan, temperatur, viskositas, dan konsentrasi. Frekuensi ultrasonik naik akan mengakibatkan produksi dan intensitas gelembung kavitasi dalam cairan menurun.

LAMPIRAN

Lampiran 1 Penggunaan Biaya

Penggunaan biaya selama pelaksanaan penelitian nanohidroksiapatit, di antaranya sebagai berikut:

✓ **Rincian biaya yang didapatkan adalah sebagai berikut :**

Tabel 5. Jumlah Biaya Kegiatan

No	Jenis Biaya	Anggaran (Rp)
1.	Dana DIKTI	10.500.000,00
2.	Pengeluaran	10.473.000,00
Jumlah Sisa Dana		27.000,00

✓ **Rincian biaya yang dikeluarkan selama penelitian sebagai berikut :**

Tabel 6. Biaya yang telah digunakan selama penelitian

1. Bahan

No.	Bahan	Volume	Biaya Satuan (Rp)	Biaya (Rp)
Sintesis Hidroksiapatit				
1	Cangkang Kerang Darah	5 kg	20.000,00	100.000,00
2	Phospat	500 gr	883.000,00	883.000,00
3	Kertas Saring Whatman 41	150 lembar	4.000,00	600.000,00
4	Aquades	20 liter	5.000,00	100.000,00
5	Plastik sampel	1 pak	15.000,00	15.000,00
6	Sabun Cair	1 liter	15.000,00	15.000,00
7	Masker	3 buah	10.000,00	30.000,00
8	<i>Tissue</i>	2 pak	21.400,00	42.000,00
9	Sarung tangan lab	1 pak	50.000,00	50.000,00
10	Kain Handuk	1 buah	10.000,00	10.000,00
11	<i>Crussibel</i>	5 buah	10.000,00	50.000,00
12	Botol sampel	30 buah	1.000,00	30.000,00
13	Kertas saring biasa	1 lembar	8.000,00	8.000,00
14	Surfaktan	500 ml		800.000,00
15	Botol Sampel Kaca	6 buah	10.000,00	60.000,00
Alat Tulis Kantor (ATK)				
16	Kertas HVS	1 rim	42.000,00	42.000,00

17	Buku Logbook	2 buah	4.500,00	9.500,00
18	Pulpen	1 kotak	25.000,00	25.000,00
19	Kertas Polio	1 pak	15.000,00	15.000,00
20	Tinta Printer <i>refill</i>	1 buah	144.000,00	144.000,00
21	Map batik	1 buah	17.500,00	17.500,00
Biaya Pengujian Sampel dan Sewa Alat				
22	Uji XRD	11 sampel	150.000,00	1.650.000,00
23	Uji PSA	22 sampel	150.000,00	3.300.000,00
Jumlah Biaya				8.046.000,00

2. Perjalanan

No.	Kota / Tempat Tujuan	Volume	Biaya Satuan (Rp)	Biaya (Rp)
24	Bogor – Bogor Pembelian bahan habis pakai	3 peneliti x 5 kali PP	30.000,00	450.000,00
Jumlah Biaya				450.000,00

3. Lain – lain

No	Uraian Kegiatan	Volume	Biaya Satuan (Rp)	Biaya (Rp)
25	Biaya Penggandaan proposal dan laporan kemajuan.	5 paket	20.000,00	100.000,00
26	Flash disk Thosiba 16 gb	1 buah	102.000,00	102.000,00
	Mouse thosiba kabel	1 buah	50.000,00	50.000,00
27	Service laptop			715.000,00
28	Pembelian kemeja	2 helai		290.000,00
29	Cashing external 2,5”			55.000,00
29	Pembelian sepatu	1 pasang		140.000,00
30	Pembelian tas			225.000,00
Jumlah Biaya				1.677.000,00

4. Uang Lelah

No.	Pelaksana	Jumlah Pelaksana	Jmlh Hari	Honor / hari (Rp)	Biaya (Rp)
31	Teknisi lab	3 orang	2 hari	50.000,00	300.000,00
Jumlah Biaya					300.000,00

Lampiran 2 Bukti Pendukung Kegiatan

✓ Preparasi Sampel Cangkang Kerang Darah dan Proses Kalsinasi



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

Gambar cangkang kerang darah setelah dibersihkan (a), cangkang kerang darah setelah dihancurkan dengan palu (b), cangkang kerang darah dimasukkan ke dalam *crussibel* (c), *crussibel* dimasukkan kedalam *furnace* untuk proses kalsinasi (d), cangkang kerang darah setelah kalsinasi siap untuk digerus (e), serbuk cangkang kerang darah (f).

✓ Proses Ultrasonikasi



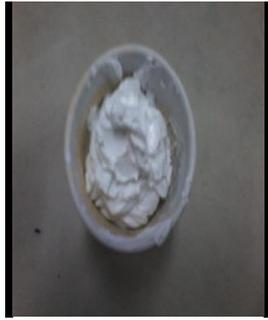
(a) (b) (c) (d)

Gambar serbuk cangkang kerang darah dilarutkan dalam aquades (a), proses ultrasonikasi sekaligus proses *stirring* (b), penyaringan sampel (c), penggerusan sampel serbuk cangkang kerang darah setelah ultrasonikasi dan dikeringkan (d).

✓ Proses sintesis hidroksiapatit



(a) (b) (c) (d)



(e)

(f)

(g)

(h)

Gambar CaO yang dilarutkan dalam aquades (a), posfat yang dilarutkan dalam aquades (b), proses presipitasi sekaligus *stirring* (c), larutan campuran yang telah *diaging* (d), proses penyaringan (e), sampel hasil penyaringan dimasukan dalam *crucibel* (f), proses pengeringan dan *sinterring* menggunakan *furnace* (g), serbuk hidroksiapatit (h).

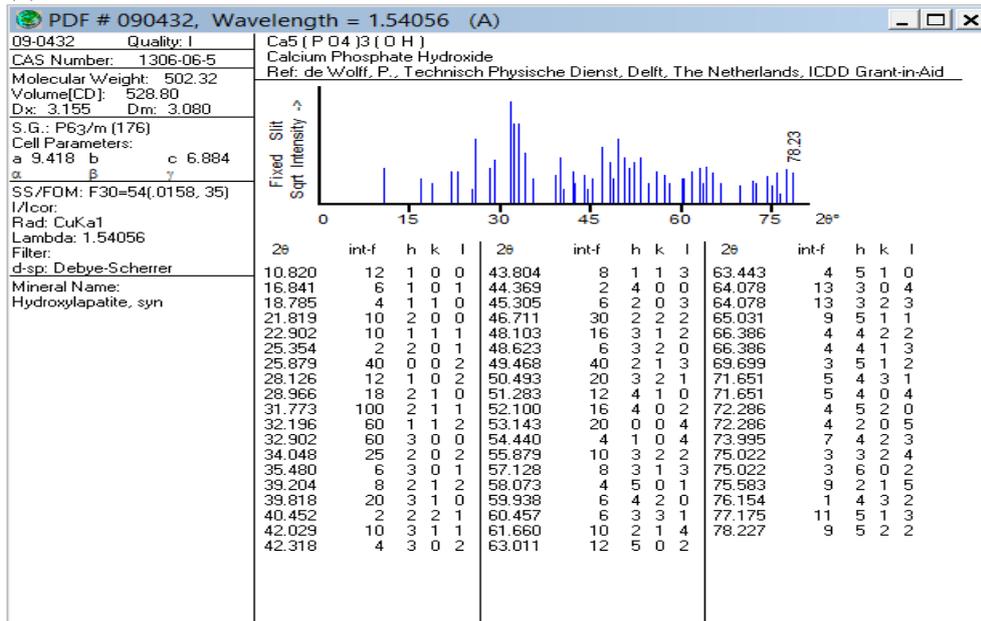
✓ **Sampel hasil**



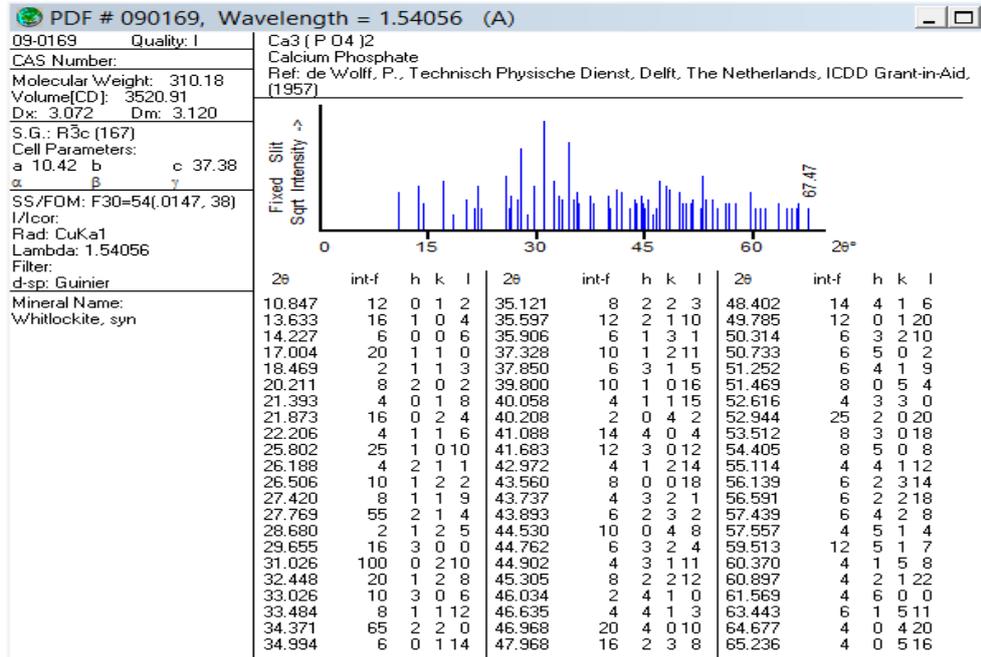
Gambar sampel akhir dalam botol sampel

Lampiran 3 Data JCPDS

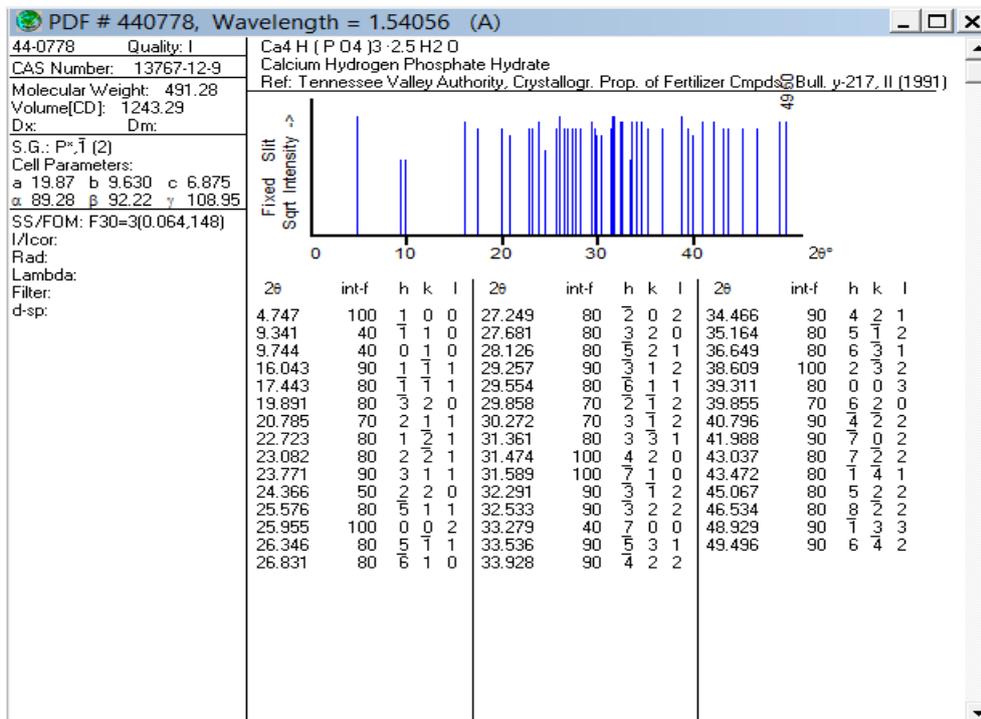
(a) JCPDS HA



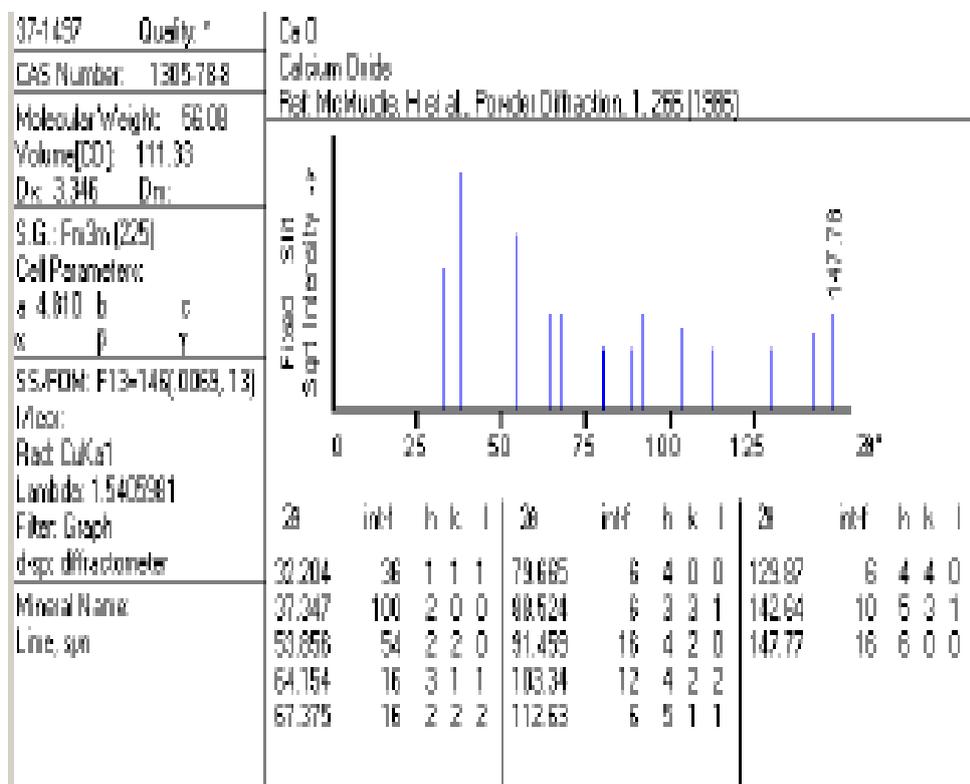
(b) JCPDS TCP



(c) JCPDS OCP



(d) JCPDS CaO



(e) JCPDS Ca(OH)₂

