



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

SINTESIS SENYAWA KALSIMUM FOSFAT DARI KULIT TELUR DENGAN METODE PRESIPITASI

TEPSIS



**LIZA ELVIRA
0821207025**

**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2010**

Sintesis Senyawa Kalsium Fosfat Dari Kulit Telur Dengan Metode Presipitasi

Oleh : Liza Elvira

(Di bawah bimbingan : Novesar Jamarun dan Syukri Arief)

RINGKASAN

Penelitian ini berawal dari kenyataan bahwa penerapan biomaterial dalam cakupan biomedikal telah mendapat perhatian yang besar dalam dunia penelitian dimana saat ini sedang diusahakan pengembangan berbagai cara mensintesis biomaterial kalsium fosfat yang berguna dalam biomedikal. Berbagai macam turunan kalsium fosfat diantaranya Hydroxyapatite (HAp), Trikalsium fosfat (TCP), Tetrakalsium fosfat (TetCP), Octakalsium fosfat (OCP), dan sebagainya. Senyawa kalsium fosfat banyak digunakan secara luas untuk tujuan medical yang meliputi tissue engineering, implant (penanaman), coating (pelapisan), dan material pengisi tulang. Diantara biomaterial kalsium fosfat ini, HAp (hydroxyapatite) merupakan material anorganik penting dalam kimia dan biologi karena komposisi kimia yang cocok dan biokompatibilitas yang bagus dengan tulang manusia. Selain HAp, TCP (Trikalsium fosfat) juga penting dalam memperbaiki kerusakan tulang. Oleh sebab itu diperlukan suatu studi dalam mensintesis senyawa kalsium fosfat tersebut.

Tujuan Penelitian ini adalah mempelajari proses pembuatan senyawa kalsium fosfat dari limbah kulit telur sebagai sumber kalsium sehingga kulit telur bisa dimanfaatkan kembali. Metode yang digunakan dalam penelitian adalah metode presipitasi dan dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, XRD, dan SEM.

Adapun perlakuan dalam penelitian ini yaitu kulit telur dibagi atas dua bagian. Bagian pertama dikalsinasi terlebih dahulu dan bagian kedua tidak dikalsinasi, tetapi pada akhir pengerjaan, semua powder kalsium fosfat yang terbentuk dikalsinasi pada suhu 750°C . Kemudian dilakukan variasi pH 7-11 dan variasi konsentrasi asam nitrat 1M dan 2M.

Sebagai langkah awal dari penelitian ini, dianalisa terlebih dahulu kandungan kalsium dari kulit telur ayam, itik, dan puyuh dengan menggunakan AAS. Kulit telur yang mengandung kalsium terbanyak yang akan digunakan sebagai raw material dalam sintesis kalsium fosfat. Hasil analisis kadar kalsium kulit telur menunjukkan bahwa kadar kalsium dalam kulit telur itik lebih besar daripada kadar kalsium kulit telur ayam dan puyuh. Oleh sebab itu, kulit telur itik yang digunakan dalam penelitian ini.

Hasil analisis FTIR baik yang dikalsinasi maupun tanpa kalsinasi terlebih dahulu menunjukkan hasil yang hampir sama dimana tidak terdapat gugus CO_3^{-2} , hanya terdapat gugus PO_4^{-3} dan struktur OH. Hal ini menunjukkan adanya senyawa kalsium fosfat.

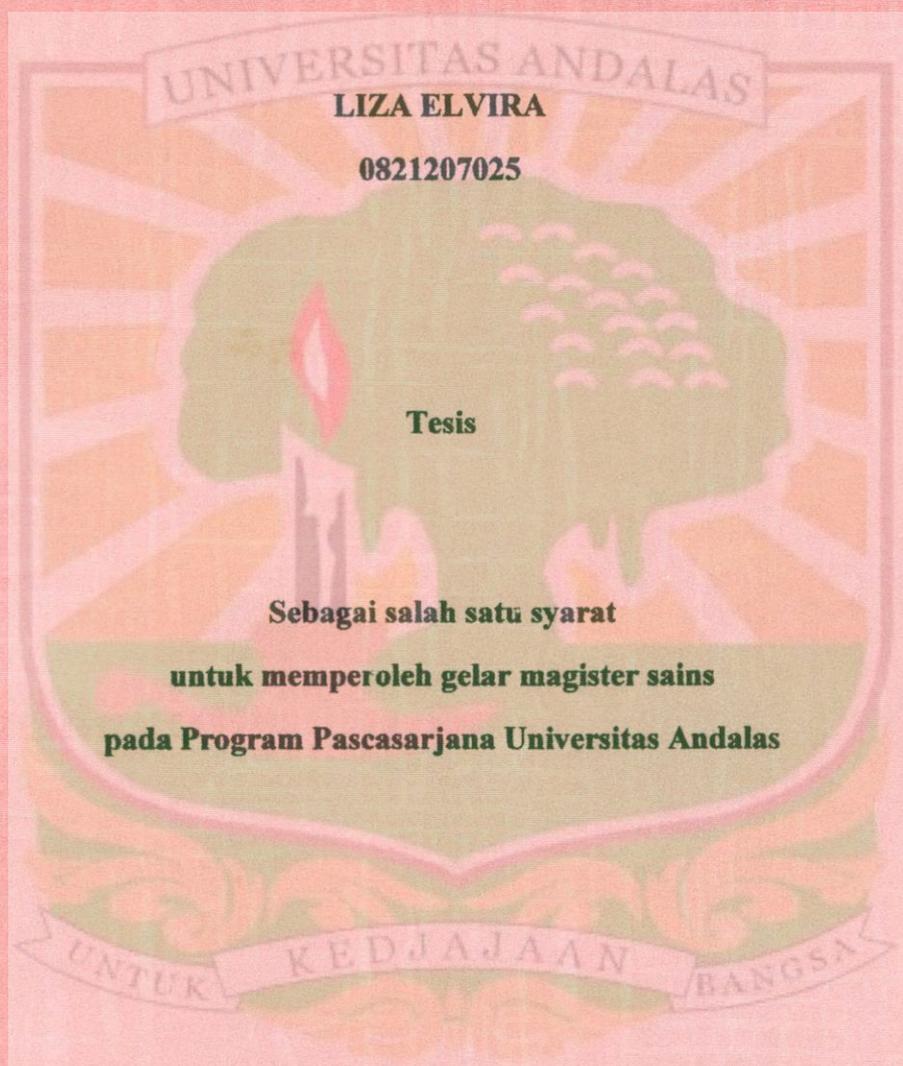
Analisis XRD menunjukkan bahwa sampel kalsium fosfat dari kulit telur yang dikalsinasi maupun tidak dikalsinasi terlebih dahulu diperoleh campuran senyawa hydroxyapatite dengan trikalsium fosfat.

Analisis SEM powder kalsium fosfat dari kulit telur yang dikalsinasi maupun tanpa kalsinasi terlebih dahulu menunjukkan bahwa bentuk partikelnya hampir mirip yaitu berbentuk seperti gumpalan-gumpalan partikel bulat yang rapat.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kalsium fosfat bisa disintesis dari kulit telur sebagai sumber kalsiumnya. Adanya perlakuan dari kulit telur yang dikalsinasi maupun tanpa kalsinasi terlebih dahulu tidak terlalu menunjukkan pengaruh yang berarti karena dari analisis FTIR, XRD, dan SEM menunjukkan hasil yang serupa satu sama lainnya. Hal ini disebabkan pada akhir pengerjaan dikalsinasi kembali. Variasi konsentrasi asam nitrat tidak terlalu mempengaruhi jumlah powder kalsium fosfat yang terbentuk baik dari kulit telur yang dikalsinasi maupun tidak dikalsinasi terlebih dahulu, dan juga tidak terlalu mempengaruhi morfologi dari senyawa kalsium fosfat yang dihasilkan karena dari hasil SEM tampak serupa. Tetapi variasi pH mempengaruhi jumlah powder kalsium fosfat yang dihasilkan, namun tidak terlalu signifikan.

**SINTESIS SENYAWA KALSIUM FOSFAT DARI KULIT TELUR
DENGAN METODE PRESIPITASI**

Oleh:

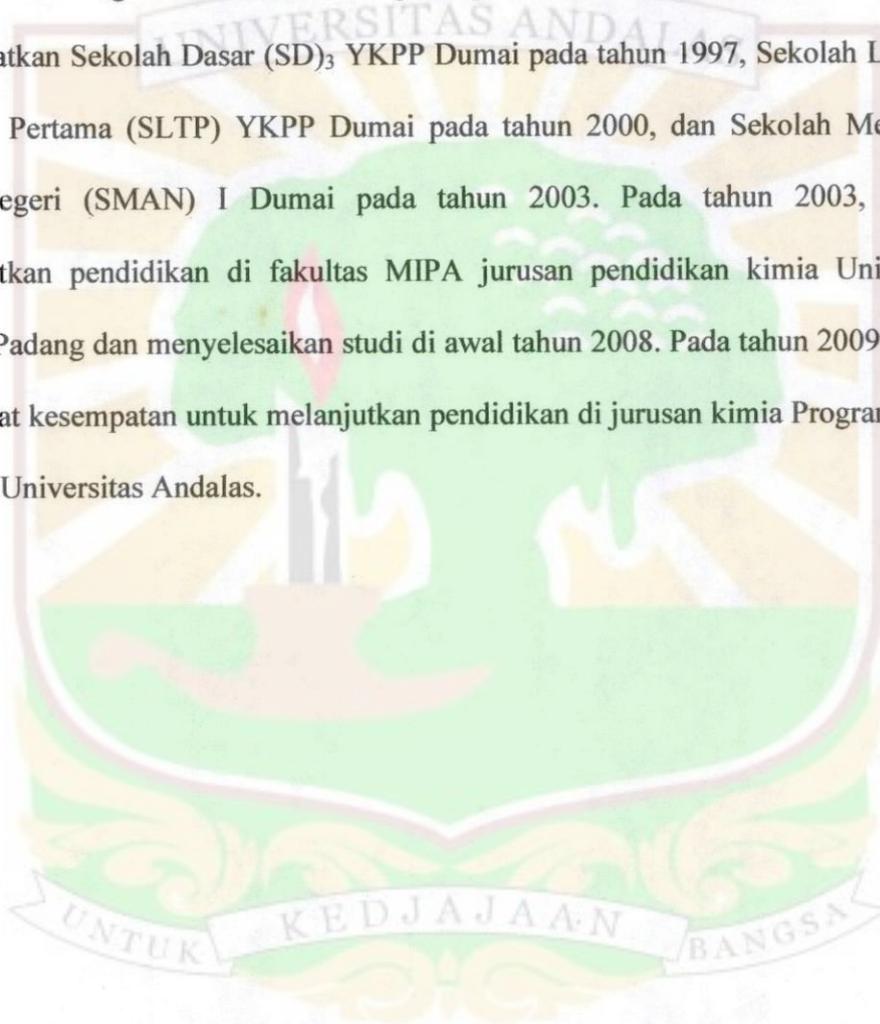


**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS**

2010

DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Dumai pada tanggal 8 Mei 1985, merupakan anak pertama dari tiga bersaudara dari pasangan Bapak Najdi dan Ibu Zainalis. Menamatkan Sekolah Dasar (SD)₃ YKPP Dumai pada tahun 1997, Sekolah Lanjutan Tingkat Pertama (SLTP) YKPP Dumai pada tahun 2000, dan Sekolah Menengah Atas Negeri (SMAN) I Dumai pada tahun 2003. Pada tahun 2003, penulis melanjutkan pendidikan di fakultas MIPA jurusan pendidikan kimia Universitas Negeri Padang dan menyelesaikan studi di awal tahun 2008. Pada tahun 2009 penulis mendapat kesempatan untuk melanjutkan pendidikan di jurusan kimia Program Pasca Sarjana Universitas Andalas.



PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Dengan ini saya menyatakan bahwa isi Tesis yang ditulis dengan judul :

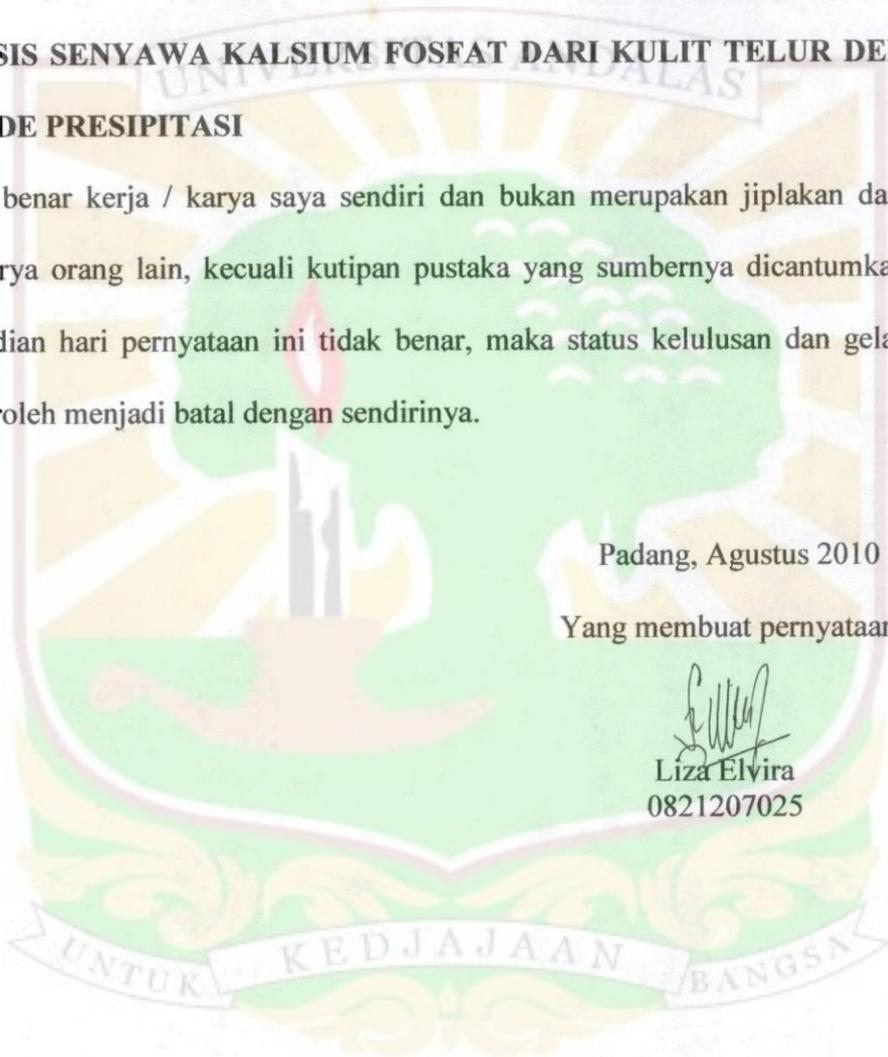
SINTESIS SENYAWA KALSIUM FOSFAT DARI KULIT TELUR DENGAN METODE PRESIPITASI

Adalah benar kerja / karya saya sendiri dan bukan merupakan jiplakan dari hasil kerja/karya orang lain, kecuali kutipan pustaka yang sumbernya dicantumkan. Jika dikemudian hari pernyataan ini tidak benar, maka status kelulusan dan gelar yang saya peroleh menjadi batal dengan sendirinya.

Padang, Agustus 2010

Yang membuat pernyataan


Liza Elvira
0821207025



KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul **“Sintesis Senyawa Kalsium Fosfat Dari Kulit Telur Dengan Metode Presipitasi.”** Tesis ini diajukan sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Magister pada jurusan kimia Program Pascasarjana Universitas Andalas.

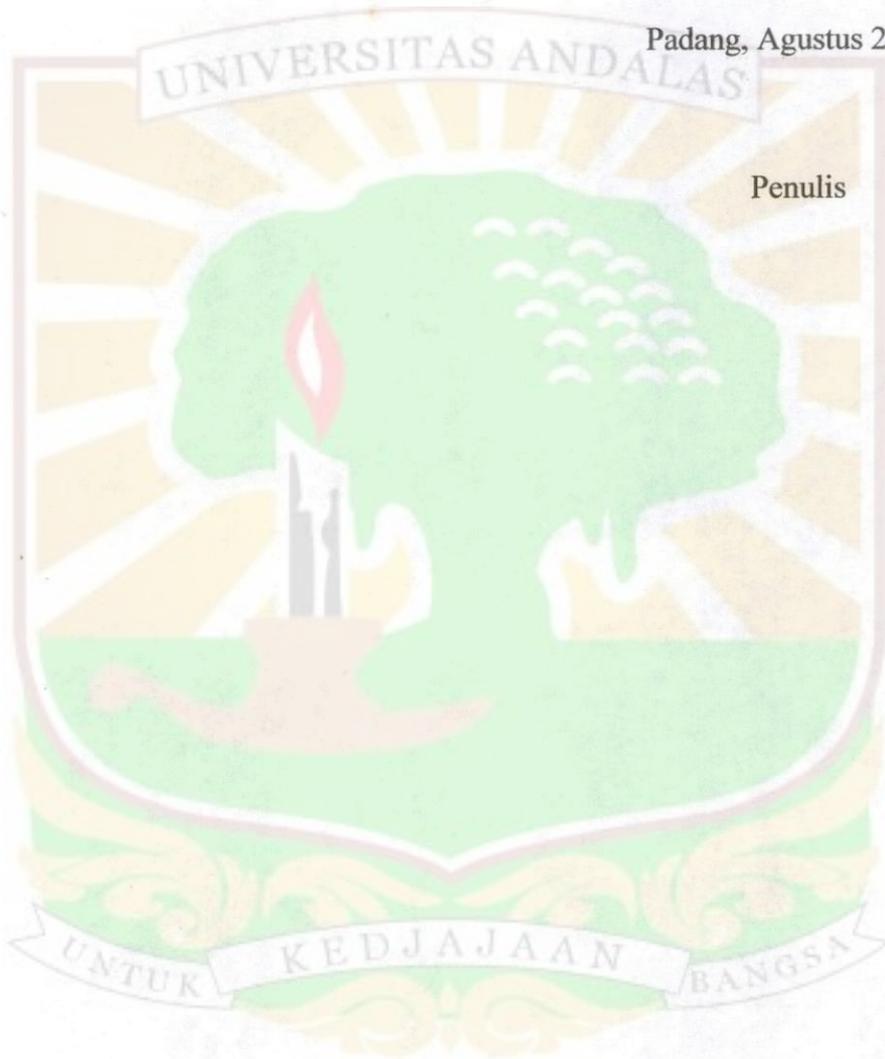
Selama proses penelitian dan penulisan tesis, penulis banyak mendapat bimbingan dan pengarahan dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada yang penulis hormati :

1. Bapak Prof. Dr. H. Novesar Jamarun, M.S sebagai pembimbing.
2. Bapak Prof. Dr. Syukri Arief, M. Eng sebagai pembimbing.
3. Bapak Prof Dr. Novirman jamarun, M.Sc sebagai Direktur Program Pascasarjana UNAND.
4. Bapak Dr. Djaswir Darwis, M.S, DEA sebagai dosen pembahas sekaligus ketua jurusan kimia FMIPA UNAND.
5. Bapak Prof. Dr. Admin Alif, M.S sebagai dosen pembahas.
6. Bapak Prof. Dr. Hermansyah Azis, M.S sebagai dosen pembahas.
7. Bapak Dr. Syukri Darajat, M.Si sebagai dosen pembahas.
8. Bapak dan Ibu Staf pengajar Pascasarjana jurusan kimia UNAND.
9. Bapak dan Ibu Staf Laboratorium Kimia Kopertis Wilayah X Padang.
10. Bapak dan Ibu Staf Pascasarjana UNAND.

Semoga bantuan dan bimbingannya bernilai ibadah dan mendapat balasan yang setimpal serta diridhai oleh ALLAH SWT.

Bila dalam tesis ini masih terdapat kekurangan, penulis mengharapkan saran dan kritik dari semua pihak untuk kesempurnaan tesis ini. Akhir kata penulis ucapkan terima kasih.

Padang, Agustus 2010



DAFTAR ISI

Halaman

KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR LAMPIRAN	vii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Biomaterial.....	4
2.2 Kalsium Fosfat.....	7
2.3 Hydroxyapatite.....	8
2.4 Trikalsium fosfat.....	12
2.5 Teknik Presipitasi.....	13
2.6 Kulit Telur.....	15
2.7 Metode Karakterisasi.....	18
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	30
3.2 Alat dan Bahan.....	30
3.3 Prosedur Kerja.....	31

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Kandungan Kalsium Kulit Telur.....33
4.2 Hasil Sintesis Senyawa Kalsium Fosfat.....34
4.3 Analisis FTIR.....35
4.4 Analisis XRD.....38
4.5 Analisis SEM.....43

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....47
5.2 Saran.....47

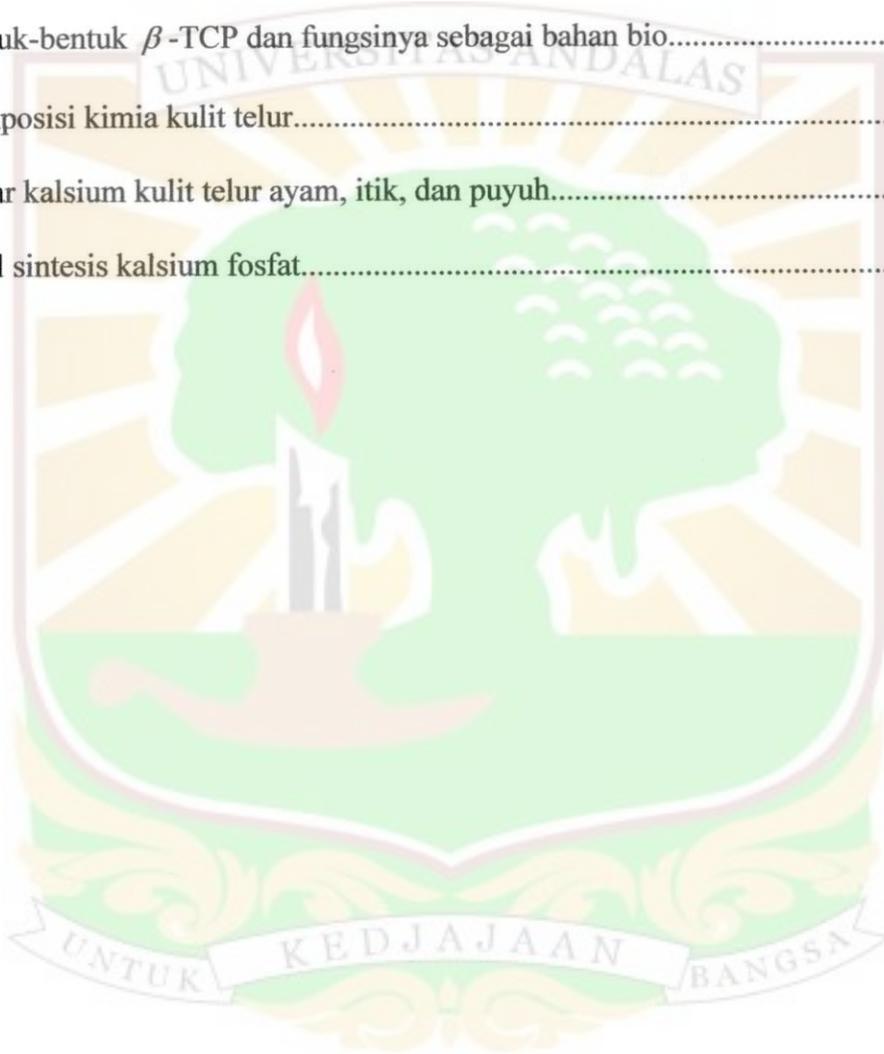
DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN



DAFTAR TABEL

Nomor	Halaman
1. Jenis-jenis biomaterial.....	5
2. Beberapa turunan kalsium fosfat.....	8
3. Sifat-sifat mekanik hydroxyapatite.....	9
4. Bentuk-bentuk β -TCP dan fungsinya sebagai bahan bio.....	12
5. Komposisi kimia kulit telur.....	17
6. Kadar kalsium kulit telur ayam, itik, dan puyuh.....	33
7. Hasil sintesis kalsium fosfat.....	34

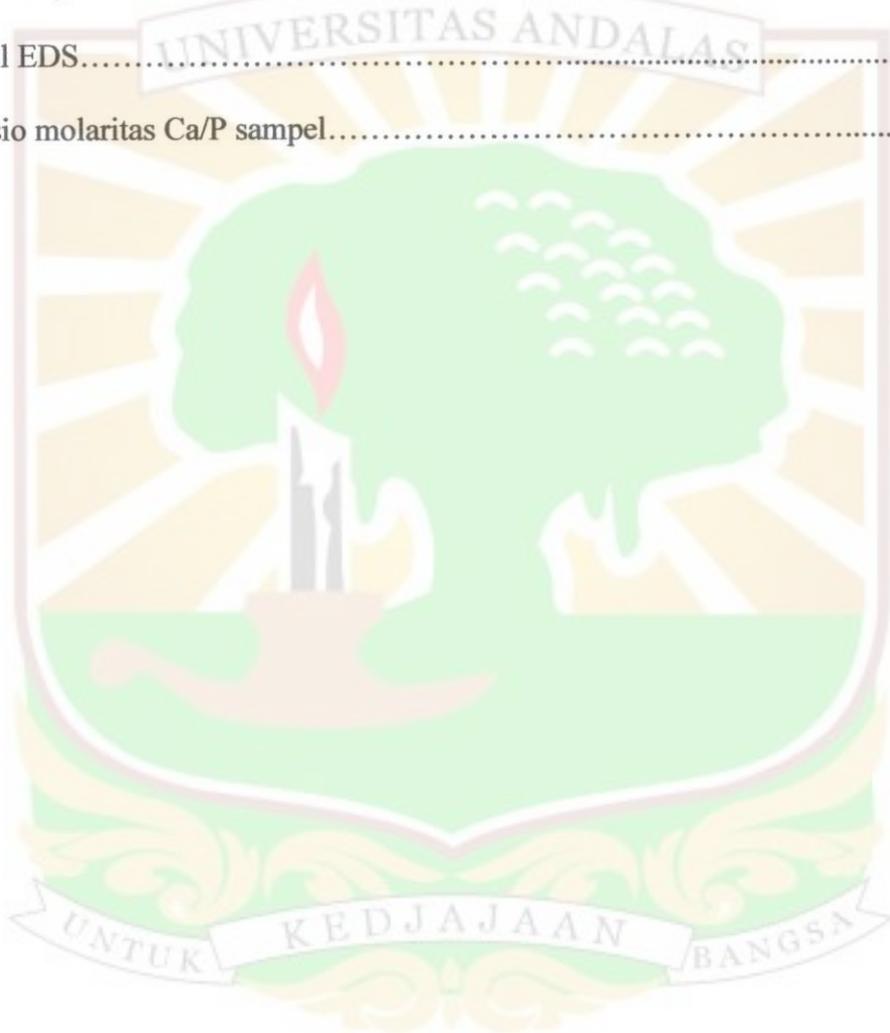


DAFTAR GAMBAR

Nomor	Halaman
1. Permukaan kulit telur.....	16
2. Skema Peralatan AAS.....	19
3. Skema tabung X-Ray.....	21
4. Pantulan sinar – X.....	22
5. Skema analisis FTIR.....	25
6. An image of a house fly compound eye surface by SEM.....	26
7. Skema alat SEM.....	27
8. Hasil analisis FTIR terhadap powder kalsium fosfat.....	36
9. Pola XRD tanpa kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 1M.....	38
10. Pola XRD tanpa kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 2M.....	40
11. Pola XRD kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 1M.....	41
12. Pola XRD kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 2M.....	42
13. SEM tanpa kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 1M.....	43
14. SEM tanpa kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 2M.....	44
15. SEM kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 1M.....	45
16. SEM kalsinasi pada pH 10, HNO ₃ 2M.....	46

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Halaman
1. Sema kerja sintesis kalsium fosfat.....	50
2. Perhitungan pembuatan komposisi larutan.....	52
3. Perhitungan ukuran kristal senyawa kalsium fosfat.....	54
4. Hasil EDS.....	56
5. Rrasio molaritas Ca/P sampel.....	58



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Belakangan ini penerapan biomaterial dalam cakupan biomedikal telah mendapat perhatian yang besar dalam penelitian. Saat ini sedang diusahakan pengembangan berbagai cara mensintesis biomaterial kalsium fosfat. Kalsium fosfat berguna dalam biomedikal yang bisa mengembalikan kerusakan bagian tubuh seperti tulang yang disebabkan oleh penyakit. Berbagai macam turunan kalsium fosfat diantaranya Hydroxyapatite (HAp), Trikalsium fosfat (TCP), Tetrakalsium fosfat (TetCP), Octakalsium fosfat (OCP), dan sebagainya. Senyawa kalsium fosfat banyak digunakan secara luas untuk tujuan medical yang meliputi tissue engineering, implant (penanaman), coating (pelapisan), dan material pengisi tulang.

Diantara biomaterial kalsium fosfat ini, HAp (hydroxyapatite) dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan material anorganik penting dalam kimia dan biologi karena komposisi kimia yang cocok dan biokompatibilitas yang bagus dengan tulang manusia. Hydroxyapatite tidak menunjukkan efek toxic dan bisa membentuk ikatan secara langsung dengan tulang, sehingga HAp ini merupakan material penting sebagai pengganti tulang. Seperti yang diketahui bahwa tulang manusia merupakan campuran senyawa anorganik sekitar 70 % apatit kalsium fosfat dengan rasio molar Ca/P 1,67 dan senyawa organik sekitar 30 % kollagen. Permintaan untuk sintesis HAp sebagai material pengganti tulang dan gigi dalam hal penyembuhan cacat fisik

dan untuk kedokteran gigi meningkat dari hari ke hari. Selain HAp, TCP (Trikalsium fosfat) juga penting dalam memperbaiki kerusakan tulang (Kasim, 2008). Melihat banyaknya aplikasi senyawa kalsium fosfat dalam biomedikal, maka pengembangan berbagai jenis metode sintesis merupakan pembicaraan yang populer saat ini, yakni menyangkut masalah biaya penelitian serta prosedur yang efektif bagi peneliti. Beberapa teknik sintesis kalsium fosfat yang telah dikembangkan diantaranya metode presipitasi, metode sol – gel, metode hidrotermal, serta metode solid state reaction (Ahmed dan Ahsan, 2008, Monmaturapoj, 2008). Diantara metode-metode ini, metode presipitasi sangat populer karena simpel, murah, serta aplikasinya mudah dalam industri (Ahmed dan Ahsan, 2008). Meskipun penelitian yang menggunakan metode presipitasi mendapat score tinggi, pilihan bahan mentah yang akan digunakan sebagai sumber Ca dan P merupakan kunci utama dalam berbagai metode yang dikembangkan. Dalam penelitian ini untuk mensintesis biomaterial kalsium fosfat menggunakan bahan mentah kulit telur sebagai sumber Ca dengan metode presipitasi. Alasan digunakan kulit telur sebagai bahan mentah yaitu karena komposisi utama dari kulit telur adalah CaCO_3 sekitar 94% - 97% (Ahmed dan Ahsan, 2008) dan supaya limbah kulit telur dapat dimanfaatkan kembali.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dirumuskan masalah sebagai berikut: “Apakah senyawa kalsium fosfat dari bahan mentah kulit telur dapat disintesis dan bagaimana karakterisasinya?”

1.3 Tujuan Penelitian

Kandungan CaCO_3 dalam kulit telur akan menjadi limbah dan bisa menyebabkan polusi karena aktivitas mikroba di lingkungan. Oleh karena itu, tujuan pada penelitian ini yaitu :

1. Mempelajari proses pembuatan senyawa kalsium fosfat dari limbah kulit telur menggunakan metode presipitasi sehingga kulit telur bisa dimanfaatkan kembali.
2. Mempelajari pengaruh kalsinasi dan tanpa kalsinasi di awal pengerjaan terhadap sintesis senyawa kalsium fosfat dari kulit telur serta pengaruhnya terhadap morfologi senyawa dan ukurannya.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi tentang pengolahan limbah kulit telur menjadi senyawa kalsium fosfat dengan metode presipitasi.
2. Mengetahui sifat-sifat senyawa kalsium fosfat yang disintesis dari kulit telur.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biomaterial

Definisi biomaterial secara umum adalah suatu material tak hidup yang digunakan sebagai perangkat medis dan mampu berinteraksi dengan sistem biologis (Cahyanto, 2009). Adanya interaksi ini mengharuskan setiap biomaterial memiliki sifat biokompatibilitas yaitu kemampuan suatu material untuk bekerja selaras dengan tubuh tanpa menimbulkan efek lain yang berbahaya. Ide untuk menggantikan organ manusia yang rusak dengan material tak-hidup telah ada sejak lebih dari dua ribu tahun yang lalu dimulai oleh Bangsa Romawi, China dan Aztec yang memiliki peradaban kuno tercatat menggunakan emas untuk perawatan gigi. Pada masa itu perkembangan biomaterial diuji coba secara trial and error terhadap tubuh manusia ataupun binatang namun tingkat kesuksesannya tidak maksimal.

Permintaan dan penggunaan biomaterial meningkat tajam akhir-akhir ini. Perubahan piramida umur penduduk dunia dengan meningkatnya jumlah penduduk dunia yang lanjut usia serta tingginya angka kecelakaan baik darat, laut dan udara merupakan sebab utama peningkatan tersebut. Kebanyakan dari biomaterial digunakan untuk gigi dan pengganti tulang atau ortopedik. Biomaterial sebagai pengganti tulang atau gigi ini bersifat permanen sehingga logam dan alloy yang mempunyai ketahanan korosi yang tinggi yang bisa digunakan. Hanya ada beberapa material yang dikenal dapat memenuhi keperluan implantation dalam tubuh diantaranya : metal (logam), keramik, polimer dan komposit.

Tabel 1. Jenis-jenis biomaterial

Material	Keuntungan	Kerugian	Contoh
Logam	<ul style="list-style-type: none"> - Sifat mekanik bagus - Tidak terdapat perubahan dimensi secara permanent 	<ul style="list-style-type: none"> Rentan mengalami degradasi atau korosi 	Co-Cr alloys, stainless steels, gold, dan titanium alloys.
Keramik	<ul style="list-style-type: none"> - Inert dan tidak toxic - Kekakuan tinggi - Tahan temperatur tinggi - Densitas rendah - Tahan korosi - Keras - Konduktivitas listrik rendah 	<ul style="list-style-type: none"> - Getas - Kekuatan tarik dan leleh rendah 	Alumina, kalsium fosfat, Hidroksiapatit, gelas keramik, dan karbon
Polimer	<ul style="list-style-type: none"> - Mudah dibentuk - Harga murah - Ulet - Banyak tersedia di alam 	<ul style="list-style-type: none"> - Mengalami degradasi di dalam tubuh sehingga kekuatan mekanik menjadi turun - Kekuatan rendah - Melepaskan bahan toxic di dalam tubuh 	Silikon, polyethylene, polypropylene, dll.
Komposit	Sifat mekanik tinggi	<ul style="list-style-type: none"> - Retakan pada matriks - Susah dibentuk 	UHMWPE dengan serat karbon

(Yulianti, 2008: 11).

2.1.1 Syarat utama biomaterial

Syarat yang paling dasar adalah sifat anti karat yang tinggi. Tapi, bukan itu yang paling utama. Sifat yang utama yang harus dipunyai oleh biomaterial adalah kesesuaian dengan sel hidup (*excellent biocompatibility*), karena biomaterial ditanam dalam tubuh atau mulut serta berhubungan langsung dengan sel hidup tubuh. Material tersebut tidak boleh melepaskan ion-ion yang bersifat racun atau karsinogen bagi sel dan tubuh manusia (Sahin, 2006).

2.1.2 Sifat biokompatibilitas biomaterial

Suatu material dapat dikatakan bersifat biokompatibilitas jika tubuh masih dapat berfungsi dan bekerja sama dengan biomaterial tersebut tanpa adanya komplikasi di dalam tubuh seperti alergi atau efek samping lainnya. Di samping itu, tubuh akan mengalami proses penyembuhan secara normal setelah pembedahan jika material tersebut memang biokompatibel.

Material yang bersifat biokompatibel, dibagi atas tiga macam berdasarkan interaksinya dengan jaringan tubuh manusia (Yulianti, 2008: 12) yaitu:

1. Bioinert, yaitu material tidak berinteraksi dengan sistem biologi di dalam tubuh manusia. Aplikasi dari material bioinert ini adalah pada dental implant, total knee replacement, dll.
2. Bioactive, yaitu material dapat bertahan di dalam tubuh manusia karena material tersebut dapat membentuk ikatan kimia dengan jaringan tubuh manusia. Permukaan implant akan berubah saat dimasukkan ke dalam tubuh di mana akan

terbentuk lapisan berpori yang aktif sehingga dapat bertindak sebagai substrat yang bagus untuk pertumbuhan kembali tulang dan jaringan tubuh. Aplikasi material yang bersifat bioactive adalah bone cement filler dan coating.

3. Biodegradable / resorbable, yaitu material tersebut akan terurai setelah dimasukkan ke dalam tubuh. Lamanya material tersebut terdegradasi harus sama dengan pertumbuhan jaringan baru tempat di mana material tersebut dimasukkan. Hampir semua material yang bersifat biodegradable ini jenis dari kalsium fosfat di mana tubuh manusia dapat mencerna produk yang terlarut dari kalsium fosfat tersebut. Aplikasi dari material ini digunakan untuk bone repair karena tulang akan tumbuh ke dalam material yang akan menggantikan material tersebut sehingga tulang akan berfungsi kembali.

2.2 Kalsium fosfat

Kalsium fosfat berarti mineral yang mengandung ion kalsium (Ca^{2+}) bersamaan dengan ortofosfat (PO_4^{3-}), metafosfat atau pyrofosfat ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$) dan ion hidroksida. Kalsium fosfat merujuk pada kumpulan bahan keramik yang memiliki sifat keserasian biologi serta mempunyai persamaan dari segi komposisi mineral dengan gigi dan tulang manusia. Ciri-ciri ini menyebabkan banyak kajian tentang penggunaan turunan kalsium fosfat sebagai bahan implan .

Tabel 2. Beberapa turunan kalsium fosfat

Ca/P	Nama	Rumus kimia	Singkatan
2,0	Tetracalcium phosphate	$\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$	TetCP
1,67	Hydroxyapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	HAp
1,50	Tricalcium phosphate	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	TCP
1,33	Octacalcium phosphate	$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	OCP
1,0	Dicalcium phosphate dihydrate	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	DCPD
1,0	Dicalcium phosphate	CaHPO_4	DCPA
1,0	Calcium pyrophosphate	$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	CPP
1,0	Calcium pyrophosphate dehydrate	$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	CPPD
0,7	Heptacalcium phosphate	$\text{Ca}_7(\text{P}_5\text{O}_{16})_2$	HCP
0,67	Tetracalcium dihydrogen phosphate	$\text{Ca}_4\text{H}_2\text{P}_6\text{O}_{20}$	TDHP
0,5	Monocalcium phosphate monohydrate	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	MCPM
0,5	Calcium metaphosphate	$\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$	CMP

(Sahin, 2006: 10)

2.3 Hydroxyapatite

Hydroxyapatite adalah suatu kalsium fosfat keramik, yang mana mempunyai kesamaan secara kimia dengan komponen mineral tulang dan hard tissue (jaringan keras) pada manusia. Hydroxyapatite terdiri atas kalsium dan fosfat dengan perbandingan molar 1,67, bahan ini yang akan diubah menjadi hydroxyapatite. Hydroxyapatite bisa ditemukan pada gigi dan tulang tubuh manusia.

Rumus kimia hydroxyapatite adalah $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ tetapi biasanya ditulis $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hydroxyapatite memiliki sifat fisis, mekanis dan biologis yang

mirip dengan struktur tulang sehingga cocok sebagai bahan dental implant (merupakan salah satu cara untuk mengganti gigi yang hilang). Hydroxyapatite melekat pada tulang secara biointegration artinya implan yang terbuat dari hydroxyapatite berkontak dan menyatu secara kimiawi dengan tulang. Penggunaan hydroxyapatite memiliki banyak keuntungan antara lain: sifat biokompatibilitas yang tinggi dan mempunyai sifat bioaktif, mudah didapat dalam jumlah yang diinginkan, membentuk ikatan yang kuat dengan tulang.

Tabel 3. Sifat-sifat mekanik dari hydroxyapatite

Theoretical density	3.156 g/cm ³
Hardness	500-800 Vickers, 2000-3500 Knoop
Mohs scale hardness	5
Tensile strength	40-100 MPa
Bend strength	20-80 MPa
Compressive strength	100-900 MPa
Fracture toughness	approx. 1 MPa/m ^{1/2}
Young's modulus	70-120 GPa

(Sahin, 2006: 10)

Serbuk hydroxyapatite murni berwarna putih, kadang – kadang bisa berwarna coklat, kuning, atau hijau bila bercampur dengan pengotor. Struktur kristal dari hydroxyapatite adalah heksagonal (Ylinen, 2006: 20). Banyaknya penggunaan hydroxyapatite di bidang medis selain dikarenakan kemiripan sifatnya dengan tulang namun juga kemampuannya untuk dapat berikatan langsung dengan tulang. Pori pada hydroxyapatite secara alami akan mengikuti penggabungan jaringan normal ke dalam

implant. Di samping itu hidroksiapatit tidak mengeluarkan bahan yang *toxic* saat berada di dalam tubuh manusia.

Di samping beberapa kelebihan tersebut, hydroxyapatite juga mempunyai kekurangan, yaitu penggunaannya dibatasi untuk tidak diaplikasikan dalam menerima beban dalam jangka waktu yang lama karena sifat mekaniknya seperti kekuatan dan ketangguhan yang rendah. Hal ini diakibatkan adanya banyak pori dan kemampuan untuk disintering yang tidak bagus (Sasikumar, 2006).

2.3.1 Jenis – jenis hydroxyapatite

Ada 2 jenis hydroxyapatite (Nicolodi, 2004: 15) yaitu :

1. Dense hydroxyapatite

Hydroxyapatite ini mempunyai ciri yang sangat spesifik, yaitu ukuran pori yang terdapat di dalamnya $< 1 \mu\text{m}$ dengan porositas $< 5 \%$. Sifat utama yang dimiliki hydroxyapatite jenis ini adalah kemampuannya untuk dapat membentuk ikatan dengan jaringan tubuh (bioaktif).

2. Porous hydroxyapatite

Ciri yang paling jelas untuk membedakan porous dengan dense hydroxyapatite terletak pada ukuran porinya, di mana hydroxyapatite jenis ini mempunyai ukuran pori $> 100 \mu\text{m}$ yang saling berhubungan satu sama lain. Sifat utama dari porous hydroxyapatite ini adalah memungkinkannya terjadi

pertumbuhan jaringan baru ke dalam hydroxyapatite sehingga regenerasi tulang baru terjadi di dalam pori hydroxyapatite

2.3.2 Aplikasi hydroxyapatite

Kegunaan utama hydroxyapatite adalah :

1. Bone filler

Aplikasi hydroxyapatite dalam bentuk serbuk dapat digunakan sebagai bone filler. Di mana keuntungan utamanya yaitu kemampuan pencocokan hydroxyapatite terhadap setiap defect pada tulang yang sangat bagus. Namun, penempatan tersebut cukup sulit dan hydroxyapatite stabil di tempat yang diimplantasi serta partikelnya akan menahan kemampuan hydroxyapatite untuk pindah atau terdegradasi dalam jangka waktu seminggu bahkan sebulan.

2. Coating

Hydroxyapatite sering digunakan untuk melapisi implan logam untuk merubah sifat permukaan antara implan dan jaringan tubuh seperti melapisi dental implan yang menggunakan titanium sebagai raw materialnya. Tanpa dilapisi dengan hydroxyapatite, tubuh akan melihat implan tersebut sebagai benda asing dan akan mengisolasinya dari jaringan di sekitarnya. Metode yang bisa diterima untuk melapisi implan dengan hydroxyapatite adalah plasma spraying.

2.4 Trikalsium fosfat (TCP)

Trikalsium fosfat merupakan senyawa dengan rumus $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Biasanya juga dikenal sebagai *tribasic calcium phosphate* atau *bone ash* (kalsium fosfat yang menjadi salah satu produk utama pembakaran tulang). Senyawa ini mempunyai bentuk kristal alpha dan beta, bentuk alpha dibentuk pada temperatur tinggi. Sebagai batuan, ditemukan dalam witlockite.

TCP bisa digunakan sebagai tissue replacement untuk memperbaiki kerusakan tulang. TCP mempunyai tiga alotrop yaitu β -TCP, α -TCP dan α' -TCP. β -TCP stabil pada suhu rendah yaitu kurang dari 1180°C , α -TCP dan α' -TCP masing-masing pada suhu 1180°C – 1400°C dan suhu 1470°C (Kasim, 2008: 13).

Dari ketiga alotrop TCP tersebut, β -TCP sesuai dijadikan implan dikarenakan kekuatan mekaniknya, keserasian jaringan dan kebolehan untuk mengikat jaringan secara langsung untuk menghasilkan tulang.

Tabel 4. Bentuk-bentuk β -TCP dan fungsinya sebagai bahan bio.

Bentuk	Fungsi
Serbuk	<ul style="list-style-type: none"> • Perawatan terapi • Penghasilan kembali jaringan • Pengisi ruang untuk memperbaiki kecacatan dalam tulang
Pukal	<ul style="list-style-type: none"> • Penggantian dan pemodelan jaringan • Penggantian jaringan yang rusak
Hablur berukuran nano	<ul style="list-style-type: none"> • Memperbaiki tulang dan memicu pertumbuhan tulang
Berliang	<ul style="list-style-type: none"> • Implan tisu
Granul	<ul style="list-style-type: none"> • Pengisi dalam tulang atau gigi

(Kasim, 2008: 17)

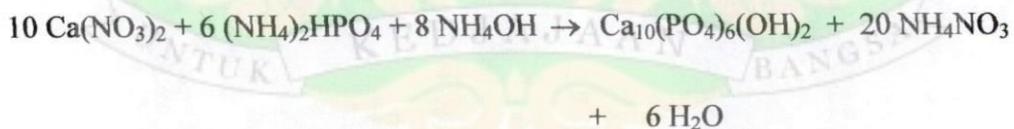
2.5 Teknik presipitasi (pengendapan)

Beberapa teknik telah digunakan untuk sintesis senyawa kalsium fosfat. Material dengan berbagai variasi dalam bentuk morfologi, stoikiometri, dan tingkat kekristalan yang diperoleh bergantung pada teknik yang digunakan. Cara sintesis senyawa kalsium fosfat dibagi atas : metode solid-state reaction, metode presipitasi kimia basah, hidrotermal, dan sol-gel.

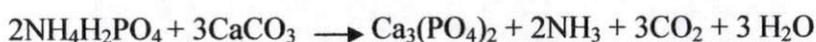
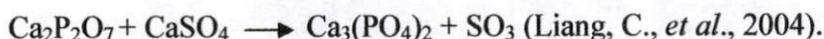
Metoda presipitasi merupakan pembentukan padatan dalam larutan. Presipitasi bisa digunakan untuk membentuk pigmen dan dalam analisis kualitatif anorganik. Presipitasi juga berguna untuk mengisolasi produk dari suatu reaksi. Idealnya, produk dari suatu reaksi tidak larut dalam pelarut reaksi. Maka endapannya terbentuk, yaitu berbentuk kristal murni. Metode ini sangat sederhana dan mudah dilakukan serta peralatan yang digunakan juga sederhana.

Adapun reaksi dari sintesis kalsium fosfat dengan metode presipitasi :

1. Reaksi sintesis hydroxyapatite (Dasgupta, dkk, 2004) :



2. Reaksi sintesis trikalsium fosfat





Endapan adalah zat yang memisahkan diri sebagai suatu fase padat keluar dari larutan. Endapan mungkin berupa kristal atau koloid, dan dapat dikeluarkan dari larutan dengan penyaringan atau pemusingan (centrifuge). Endapan terbentuk jika larutan menjadi terlalu jenuh dengan zat yang bersangkutan (Vogel, 1990: 72).

Struktur morfologi dan kemurnian endapan :

Timbulnya endapan sebagai hasil penambahan suatu reagensia tertentu dapat dipakai sebagai uji terhadap suatu ion tertentu. Dalam hal demikian, kita cukup hanya mengamati apakah endapan yang terbentuk mempunyai warna dan penampilan umum yang tepat, dan kadang-kadang menguji lagi dengan reagensia-reagensia lebih lanjut, dengan mengamati efeknya terhadap endapan. Namun, pengendapan bisa juga dilakukan untuk pemisahan. Untuk melakukan ini, suatu reagensia yang sesuai ditambahkan, yang membentuk endapan dengan hanya satu atau beberapa ion yang ada dalam larutan. Setelah penambahan reagensia dalam jumlah yang sesuai, endapan disaring dan dicuci. Agar dicapai pemisahan yang kuantitatif sejauh mungkin, endapan harus mudah disaring dan bebas dari pencemaran (kontaminasi).

Kemudahan suatu endapan dapat disaring dan dicuci tergantung sebagian besar pada struktur morfologi endapan, yaitu pada bentuk dan ukuran kristal-kristalnya. Makin besar ukuran kristal yang terbentuk selama berlangsung pengendapan, makin mudah endapan dapat disaring. Bentuk kristal juga penting.

Struktur yang sederhana, seperti kubus, oktahedron, atau jarum-jarum, sangat menguntungkan karena mudah dicuci setelah disaring (vogel, 1990: 89).

Kadaan optimum untuk terjadinya suatu proses pengendapan :

1. Pengendapan harus dilakukan dalam larutan encer
2. Pereaksi dicampurkan perlahan – lahan dan teratur dengan pengadukan yang tetap
3. Endapan harus dicuci dengan larutan encer, ini berguna untuk menghilangkan kontaminasi pada permukaan.

2.6 Kulit telur

Telur terdiri dari kulit telur, selaput lendir, putih (albumin) dan kuning telur. Struktur kulit telur, keras tetapi porus dan terbentuk dari garam-garam anorganik (terutama Kalsium Karbonat). Keporusan kulit telur memungkinkan embryo bernafas. Namun demikian daya tangkalnya cukup besar terhadap masuknya berbagai kuman, asal saja dijaga agar tetap kering. Disamping itu kulit telur mampu sampai pada batas tertentu mencegah adanya penguapan. Kulit telur merupakan hal utama yang dapat dipakai oleh konsumen untuk menilai penampilan sebutir telur secara eksterior. Telur yang berpenampilan menarik akan memberikan nilai plus dan mampu memikat konsumen. Sebutir telur terdiri atas : kuning telur (yolk) 31%, putih telur (albumin) 58% dan kulit telur 11% (Jiunkpe, 2007: 8). Gambar 1 berikut memperlihatkan bentuk permukaan kulit telur.



Gambar 1. Permukaan kulit telur

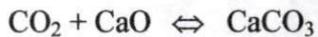
Kalsium merupakan unsur yang paling esensial dalam pembentukan kulit telur dan pada kulit sebutir telur terdapat sekitar 2 gram kalsium. Kalsium tersebut dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO_3), yang terbentuk dalam jaringan kulit di dalam saluran oviduct ayam. Jadi ada dua ion yang berperan dalam kesempurnaan kulit telur, yaitu ion kalsium dan ion karbonat.

Pembentukan kalsium karbonat ini berhubungan erat dengan ketersediaan kalsium dalam darah, karbondioksida dan ion bicarbonat darah. Karbondioksida, selain berasal dari darah juga berasal dari metabolisme sel-sel di dalam kelenjar kulit telur, sedangkan ion bicarbonat diduga juga membantu pembentukan ion karbonat kulit telur.

Bicarbonat merupakan gabungan dari senyawa karbondioksida (CO_2) dan air (H_2O), dan dalam pembentukannya dipengaruhi oleh enzim carbonic anhydrase.

Kulit telur merupakan suatu komposit keramik biomineral yang terdiri dari kalsium karbonat yang diikat oleh matrik anorganik. Terbentuknya CaCO_3 sebagai

senyawa penyusun utama dari kulit telur berdasarkan pada reaksi kesetimbangan berikut :



Di mana CO_2 berasal dari hasil pernapasan ayam, itik, atau puyuh, CaO dari makanan yang masuk sehingga nantinya menghasilkan CaCO_3 (kalsium karbonat).

Ciri-ciri kalsium karbonat yaitu berupa serbuk, berwarna putih, tidak berbau, tidak berasa, stabil di udara, tidak larut dalam air, larut dalam asam nitrat dengan membentuk gelembung gas (Mutiara, 2010). Untuk lebih lengkapnya, komposisi kimia pada kulit telur dapat dilihat pada tabel 5 berikut.

Tabel 5. Komposisi kimia kulit telur (dalam %)

CaO	50,7
SiO ₂	0,09
Al ₂ O ₃	0,03
MgO	0,01
Fe ₂ O ₃	0,02
Na ₂ O	0,19
P ₂ O ₅	0,24
SrO	0,13
NiO	0,001
SO ₃	0,57
Cl	0,08
Loi	47,8

Ket : Loi = loss on ignition
(Holanda, 2006: 2)

Ciri-ciri spesifik dari kulit telur dapat dilihat dari segi warnanya di mana warna dasarnya adalah biru, coklat, dan putih. Kekerasannya berkisar 3 pada skala mohs, bersifat translusen (sedikit meneruskan cahaya), mempunyai kilap seperti mutiara atau pudar serta bentuk patahan yang bersifat irregular.

Gigi, tulang, dan kulit telur mempunyai penyusun komposisi kimia terbesar yang sama, yaitu kalsium. Seperti contoh bahwa kulit telur unggas tersusun atas kalsium karbonat sedangkan enamel gigi manusia tersusun atas kalsium fosfat. Namun, kedua material tersebut dapat digolongkan sebagai komposit karena keduanya tidak murni terdiri dari kalsium karbonat ataupun fosfat, tetapi juga mengandung komponen penyusun lain dengan jumlah yang lebih sedikit sehingga memungkinkan kalsium tersebut saling berikatan dan membentuk struktur yang kaku/rigid. Kulit telur ini bisa digunakan sebagai bahan dasar untuk membuat senyawa kalsium fosfat daripada menjadi limbah yang akan menyebabkan polusi yang dikarenakan aktivitas mikroba.

2.7 Metode karakterisasi

2.7.1 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

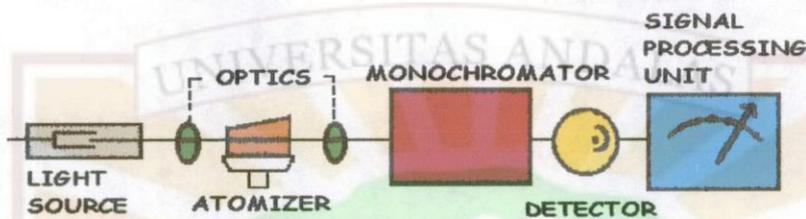
Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) adalah suatu tehnik analisis untuk menetapkan konsentrasi suatu unsur (logam) dalam suatu sampel. AAS pertama kali dikembangkan oleh Sir Alan Walsh pada tahun 1950.

Prinsip AAS

Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unturnya. Dengan absorpsi energi, berarti memperoleh lebih banyak energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikan tingkat energinya ketingkat eksitasi. Keberhasilan

analisis ini tergantung pada proses eksitasi dan memperoleh garis resonansi yang tepat.

Cara Kerja AAS



Gambar 2. Skema peralatan AAS

Setiap alat AAS terdiri atas tiga komponen berikut:

1. Sumber sinar

Sumber sinar yang lazim dipakai adalah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*) yaitu Seperangkat sumber yang dapat memberikan garis emisi yang tajam dari suatu unsur yang spesifik tertentu. Dengan pemberiaan tegangan pada arus tertentu, logam mulai memijar, dan atom-atom logam katodenya akan teruapkan dengan pemercikan. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu (Puspita, 2007).

2. Monokromator

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis (Rohman dalam Mutiara, 2010).

3. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Biasanya digunakan tabung penggandaan foton (*photomultiplier tube*) yang mempunyai kepekaan spektral yang tinggi (Rohman dalam Mutiara, 2010).

2.7.2 XRD (X – Ray Diffraction)

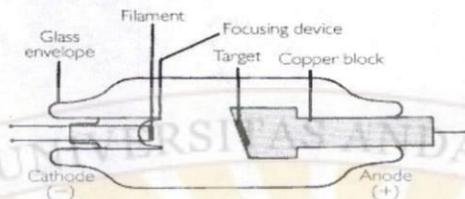
XRD merupakan salah satu teknik karakterisasi material yang berfungsi untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terdapat di dalam suatu material. XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan orientasi dari material polikristalin tersebut, menentukan kandungan fraksi berat fasa kristalin secara kuantitatif serta penentuan parameter lattice dan tipe lattice (Yulianti, 2008).

Material yang dapat dikarakterisasi hanya material kristalin sedangkan material amorf tidak dapat dikarakterisasi. Perbedaan kedua material terletak pada susunan atomnya di mana atom-atom pada material amorf tersusun secara acak sedangkan atom-atom kristalin tersusun dengan teratur. Hampir 95 % material solid mempunyai struktur kristalin.

Prinsip kerja XRD

Sinar – X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang pada kisaran antar atom sebesar $0,1 - 10 \text{ \AA}$. Sinar ini dihasilkan oleh

material target setelah ditembak oleh berkas elektron. Pada gambar 3 dapat dilihat tabung X – Ray yang terdiri dari filamen, katoda, anoda (material target), dan air.

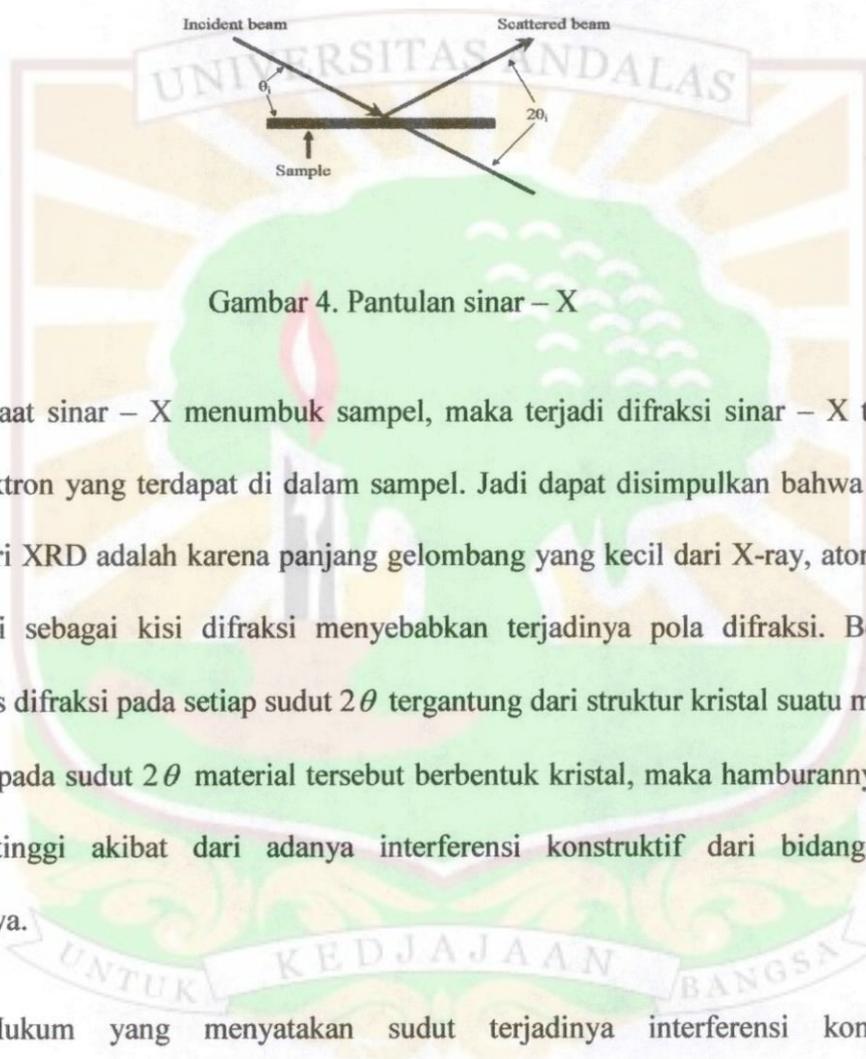


Gambar 3. Skema tabung X - Ray

Filamen (biasanya terbuat dari tungsten) akan menghasilkan elektron primer yang akan bergerak menuju material target. Anoda yang biasa digunakan adalah logam Cu yang dipertahankan pada potensial yang cukup tinggi (20 – 60 kV). Perbedaan potensial tersebut akan mempercepat laju elektron. Saat elektron yang berkecepatan tinggi menumbuk material target terdapat transfer energi dari energi kinetik menjadi panas sebesar 99 % dan hanya 1 % yang diubah menjadi sinar – X. Dikarenakan transfer energi tersebut maka diperlukan pendingin pada tabung yang biasanya menggunakan air. Tabung X – Ray dibuat vakum supaya saat elektron menuju target material tidak terdapat penghalang apapun seperti debu sehingga semua elektron dapat mencapai target material.

Sinar – X yang keluar dari tabung akan melewati filler untuk mengubah sinar yang heterokromatik menjadi monokromatik yang selanjutnya akan menembak sampel yang terdapat di dalam diffraktometer / goniometer. Setelah sinar tersebut dipantulkan maka selanjutnya akan direkam oleh detektor seperti yang terlihat pada

gambar 4 berikut. Detektor akan terhubung ke alat pengolah data dan hasilnya adalah berupa kurva intensitas pantulan terhadap sudut sumber detektor, 2θ . Berdasarkan prinsip inilah bisa ditentukan karakteristik dari sampel yang diuji.



Gambar 4. Pantulan sinar – X

Saat sinar – X menumbuk sampel, maka terjadi difraksi sinar – X tersebut oleh elektron yang terdapat di dalam sampel. Jadi dapat disimpulkan bahwa prinsip dasar dari XRD adalah karena panjang gelombang yang kecil dari X-ray, atom dapat berfungsi sebagai kisi difraksi menyebabkan terjadinya pola difraksi. Besarnya intensitas difraksi pada setiap sudut 2θ tergantung dari struktur kristal suatu material. Apabila pada sudut 2θ material tersebut berbentuk kristal, maka hamburannya akan sangat tinggi akibat dari adanya interferensi konstruktif dari bidang-bidang atomiknya.

Hukum yang menyatakan sudut terjadinya interferensi konstruktif dikemukakan oleh Bragg, sebagai berikut :

$$2 \lambda = 2d \sin \theta$$

(Tennyson, XRD.ppt)

di mana, $n =$ bilangan bulat (1, 2, 3, ...)

$\lambda =$ panjang gelombang elektron sumber (m)

$d =$ jarak antar bidang atomik (m)

$\theta =$ sudut antara bidang normal sampel dan sinar datang ($^{\circ}$)

Penentuan ukuran kristal

Ukuran rata-rata kristal dari presipitat senyawa kalsium fosfat dapat dihitung dengan menentukan dari hasil XRD menggunakan metode Scherrer dengan persamaan :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (\text{Abdullah, 2008: 135})$$

di mana D adalah ukuran kristal rata-rata (nm), k adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu (0,9), λ adalah panjang gelombang radiasi sinar - X (1,54056 \AA untuk radiasi Cu - $K_{\alpha 1}$), θ adalah sudut Bragg, β adalah lebar puncak rata-rata yang didekati dengan lebar puncak pada setengah tinggi maksimumnya atau disebut dengan FWHM (Full Width at Half Maximum) dalam radian.

2.7.3 FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

FTIR merupakan teknik pengukuran dengan pengumpulan spektrum infra merah, di mana dapat memberikan informasi mengenai ikatan kimia karena kemampuannya dalam mengukur vibrasi ikatan kimia antar atom dalam padatan

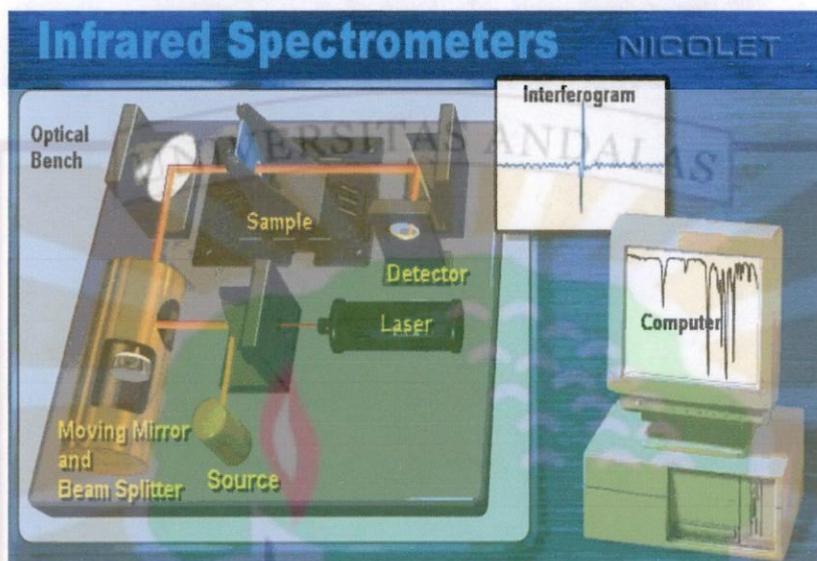
sehingga sangat berguna untuk menganalisis material organik dan anorganik tertentu. Dalam FTIR digunakan radiasi infra merah dengan panjang gelombang 400 – 4000 cm^{-1} . Mikroskop yang terdapat pada peralatan FTIR dapat menganalisis sampel hingga ukuran 10 mikron.

Prinsip kerja FTIR ini adalah ketika sinar infra merah berinteraksi dengan sampel, ikatan kimia yang terdapat dalam sampel akan meregang, berkontraksi, dan membengkok. Sebagai hasilnya beberapa sinar infra merah akan diserap sampel dan sebagian lain akan diteruskan. Daerah penyerapan infra merah dapat mengidentifikasi struktur molekul sampel. Dengan demikian tidak ada dua struktur molekul yang menghasilkan spektrum infra merah yang sama (Yulianti, 2008).

Gambar dari proses FTIR dapat dilihat dari gambar 5 di bawah ini :

1. Source, yaitu bagian yang menghasilkan energi infra merah.
2. Interferometer, yaitu bagian yang menghasilkan interferogram sinyal yang selanjtnya akan diteruskan ke sampel.
3. Sampel, sinyal interferensi akan masuk ke dalam sampel yang selanjutnya akan diteruskan atau dipantulkan oleh permukaan sampel. Pada frekuensi energi tertentu, yang tergantung pada karakteristik sampel tersebut, maka sinar tersebut akan diserap.
4. Detektor, yaitu bagian yang mengukur hasil akhir dari interferogram sinyal tertentu.

5. Komputer, yaitu bagian tempat dibacanya hasil FTIR untuk proses interpretasi dari hasil tersebut.



Gambar 5. Skema analisis FTIR

Keunggulan Spektrofotometer FTIR :

Secara keseluruhan, analisis menggunakan Spektrofotometer FTIR memiliki dua kelebihan utama yaitu :

1. Dapat digunakan pada semua frekwensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau scanning.
2. Sensitifitas dari metoda Spektrofotometri FTIR lebih besar daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistim detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (*slitless*).

2.7.4 SEM (Scanning Electron Microscope)

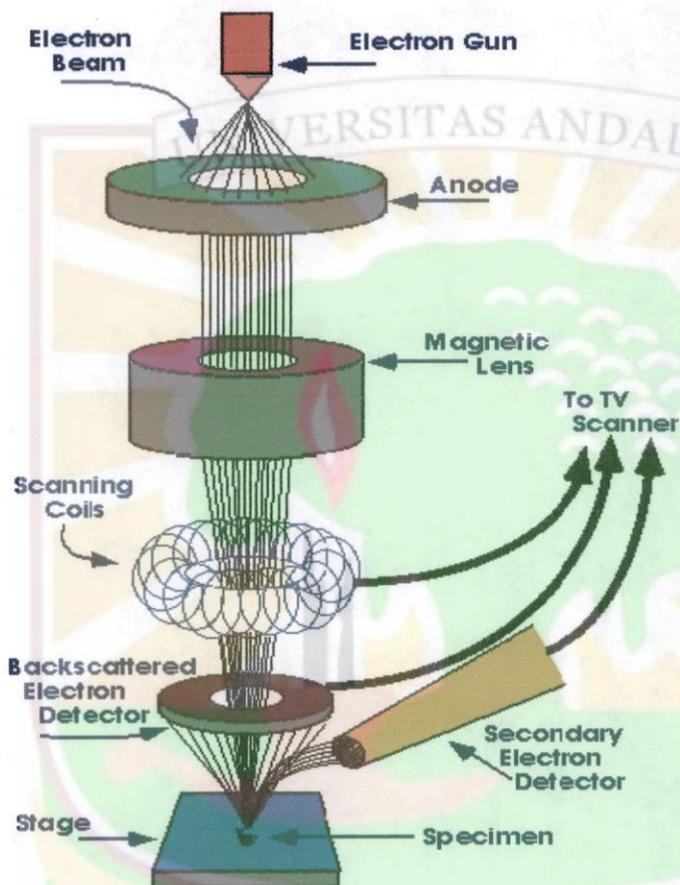
SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron dengan energi yang cukup tinggi untuk melihat struktur mikro dan menghasilkan gambar dari permukaan material tersebut (Abdullah, 2008: 115). Di samping berfungsi untuk melihat struktur mikro, berupa bentuk dan ukuran partikel di permukaan spesimen, SEM juga dapat mengetahui komposisi kimia spesimen, melihat permukaan patahan, dan permukaan dengan kedalaman tertentu serta mengetahui orientasi kristal pada permukaan spesimen seperti butir, presipitat, dan sebagainya. Perbesaran gambar dengan SEM bisa mencapai 10 sampai 500.000 kali perbesaran tanpa merusak material yang diperiksa. Contoh dari hasil SEM dapat dilihat pada gambar 6 berikut.



Gambar 6. An image of a house fly compound eye surface by using Scanning Electron Microscope at X450 magnification

Pada dasarnya, analisis permukaan melibatkan radiasi permukaan dengan sumber energi (foton, elektron atau ion) yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa transisi yang menghasilkan emisi dari permukaan berkas energi yang bisa dianalisis. SEM dilakukan dengan cara menembaki permukaan

sampel dengan elektron. Sinar elektron baik yang difokuskan maupun yang dipancarkan merupakan sinar dua dimensi.



Gambar 7. Skema alat SEM

Prinsip kerja SEM :

Berkas elektron yang dihasilkan oleh elektron gun akan menumbuk sampel di dalam ruangan vakum supaya tidak terganggu dengan adanya partikel-partikel di udara. Berkas elektron tersebut akan melewati medan elektromagnetik dan

difokuskan menjadi satu titik pada sampel. Ilustrasi dari prinsip kerja SEM dapat dilihat pada Gambar 7 (Yulianti, 2008: 35).

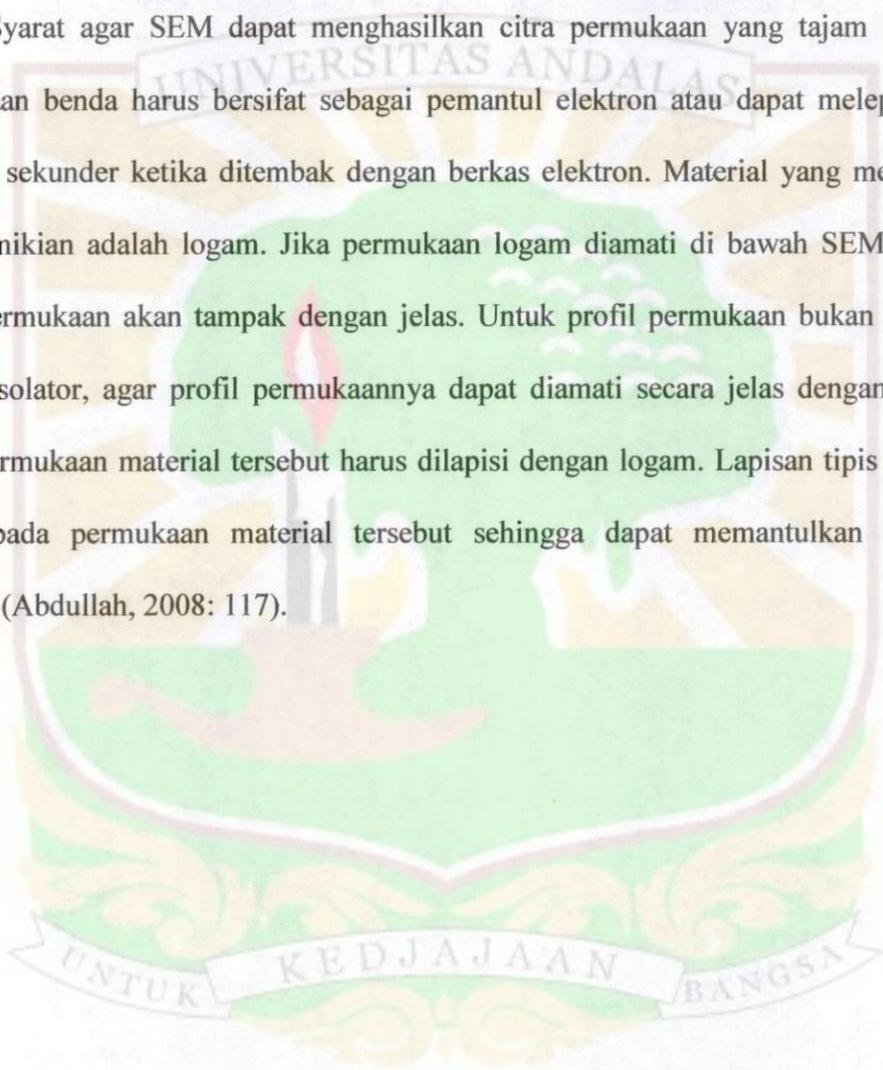
Untuk lebih jelasnya, prinsip kerja SEM sebagai berikut: elektron dihasilkan di senapan elektron (electron gun). Berkas elektron berenergi tinggi ditembakkan pada permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan. Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas elektron di-*scan* ke seluruh area pengamatan. Kita dapat membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan *zoom-in* atau *zoom-out*. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer.

Hasil interaksi utama berkas elektron saat menumbuk sampel adalah :

1. Secondary elektron yang ditangkap oleh secondary elektron detektor berfungsi untuk menghasilkan gambar.
2. Backscattered elektron yang ditangkap oleh Backscattered elektron detektor berfungsi untuk menghasilkan gambar serta menampilkan perbedaan kontras berdasarkan perbedaan berat massa atom

3. X – ray fluorescent emission yang ditangkap oleh X – Ray detektor berfungsi untuk mengidentifikasi unsur kimia yang terdapat di dalam sampel.
4. Auger elektron berfungsi untuk mengetahui komposisi di permukaan.

Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang memiliki sifat demikian adalah logam. Jika permukaan logam diamati di bawah SEM maka profil permukaan akan tampak dengan jelas. Untuk profil permukaan bukan logam seperti isolator, agar profil permukaannya dapat diamati secara jelas dengan SEM maka permukaan material tersebut harus dilapisi dengan logam. Lapisan tipis logam dibuat pada permukaan material tersebut sehingga dapat memantulkan berkas elektron (Abdullah, 2008: 117).



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium kimia Kopertis Wilayah X Padang pada bulan Januari sampai Juni 2010. Untuk menganalisis kandungan kimia kulit telur (terutama kalsium) dengan menggunakan AAS. Untuk karakterisasi powder hidroksiapatit dengan menggunakan FTIR dilakukan di laboratorium jurusan kimia UNAND, XRD dilakukan di PTBIN-BATAN Tangerang dan SEM dilakukan pada jurusan kimia ITB Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

A. Persiapan sampel

Alat yang digunakan dalam penelitian yaitu : desikator, lumpang dan alu, labu ukur, magnetik stirrer, penyaring buchner, pH meter, dan peralatan gelas. Bahan yang digunakan : kulit telur (telur ayam, itik, dan puyuh), air suling, larutan HNO_3 , Larutan NH_4OH , larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$.

B. Karakterisasi

Powder kulit telur dilakukan analisis pendahuluan dengan AAS, kemudian powder senyawa kalsium fosfat yang telah terbentuk dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM.

3.3 Prosedur Kerja

A. Persiapan sampel

Kulit telur ayam, itik, dan puyuh dikumpulkan dari pedagang. Langkah pertama, kulit telur dibersihkan dengan air diikuti dengan pemanasan (pendidihan) selama 1 jam pada suhu $100 \pm 105^{\circ}\text{C}$. Kemudian kulit telur dijemur di terik matahari sampai kering sehingga mudah untuk dihancurkan, lalu disimpan, siap untuk digunakan dalam penelitian.

Pada saat penelitian dilakukan, kulit telur tersebut dihancurkan dan dijadikan powder menggunakan lumpang dan alu, dibiarkan semalaman di dalam desikator. Setelah itu dilakukan terlebih dahulu analisis awal dengan AAS yang bertujuan untuk analisis kandungan kimia terutama kandungan kalsium dari kulit telur ayam, itik, dan puyuh. Dari hasil analisis tersebut, kulit telur yang memiliki kandungan kalsium terbanyak yang digunakan dalam penelitian.

B. Proses sintesis senyawa kalsium fosfat

Kulit telur yang telah membentuk powder dibagi dalam 2 bagian : bagian 1 tanpa kalsinasi sedangkan bagian ke 2 dikalsinasi pada suhu 750°C . Powder kulit telur yang dikalsinasi dan tanpa kalsinasi digunakan untuk sintesis senyawa kalsium fosfat dan diberi perlakuan yang sama. Padatan kulit telur (baik yang tanpa kalsinasi maupun dengan kalsinasi) dilarutkan dalam HNO_3 (dilakukan variasi konsentrasi HNO_3 yaitu 1 M dan 2 M). Kemudian disaring untuk memperoleh larutan yang jernih.

Volume terakhir dibuat mencapai 100 ml dengan air suling. pH larutan diatur menjadi 7, 8, 9, 10, 11 dengan larutan ammonia (larutan I). Kemudian dibuat larutan II $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, 100 ml, diatur pH menjadi = 7, 8, 9,10,11 ditambahkan ke dalam larutan kulit telur secara perlahan-lahan sambil distirer. Didiamkan semalaman. Terbentuk endapan gelatin warna putih. Endapan disaring dengan penyaring buchner dan dicuci dengan air suling. Endapan hasil saringan dikeringkan pada suhu 150°C di oven untuk menghilangkan sisa-sisa air. Kemudian dikalsinasi pada suhu 750°C . Powder senyawa kalsium fosfat yang terbentuk di karakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM.

C. Karakterisasi :

1. Karakterisasi dengan XRD untuk mengidentifikasi fasa kristalin dari powder kalsium fosfat dan menentukan ukuran kristalnya.
2. Karakterisasi dengan FTIR untuk mengidentifikasi / mengenali gugus fungsi.
3. Karakterisasi dengan SEM untuk melihat gambaran bentuk permukaan dan struktur mikro sampel.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Kandungan Kalsium Kulit Telur

Kandungan kalsium yang terdapat dalam kulit telur ayam, itik, dan puyuh menentukan kulit telur mana yang akan digunakan dalam penelitian ini. Untuk itu dilakukan analisis pendahuluan dari kulit telur ayam, itik, dan puyuh yaitu menentukan kadar kalsium dari masing-masing kulit telur tersebut dengan menggunakan AAS. Kulit telur yang telah siap untuk digunakan dalam penelitian dihaluskan dengan lumpang, dilanjutkan dengan destruksi dan dianalisis dengan menggunakan AAS. Hasil analisis kadar kalsium yang terdapat dalam kulit telur ayam, itik, dan puyuh dengan menggunakan AAS ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Kadar kalsium kulit telur ayam, itik, dan puyuh.

Jenis Kulit Telur	Kadar Kalsium (%)
Ayam	18,42
Itik	24,08
Puyuh	20,76

Hasil analisis kadar kalsium kulit telur ayam, itik, dan puyuh menunjukkan bahwa kadar kalsium dalam kulit telur itik lebih besar daripada kadar kalsium kulit telur ayam dan puyuh. Berdasarkan hasil yang diperoleh, peneliti menggunakan kulit telur itik sebagai bahan dasar dalam pembuatan senyawa kalsium fosfat.

4.2 Hasil Sintesis Senyawa Kalsium Fosfat

Hasil sintesis senyawa kalsium fosfat diperoleh berupa powder berwarna putih. Hasil sintesis senyawa kalsium fosfat dalam berbagai variasi pH dan konsentrasi asam nitrat dimana kulit telur itik tanpa kalsinasi dan kalsinasi terlebih dahulu ditunjukkan pada tabel 7.

Tabel 7. Hasil sintesis kalsium fosfat dengan kulit telur itik sebagai sumber kalsium dengan tanpa kalsinasi dan kalsinasi terlebih dahulu

pH	Tanpa kalsinasi		Kalsinasi	
	[HNO ₃] 1M	[HNO ₃] 2M	[HNO ₃] 1M	[HNO ₃] 2M
7	2,489 g	2,790 g	2,885 g	2,551 g
8	3,487 g	3,456 g	3,721 g	3,559 g
9	3,942 g	3,987 g	3,831 g	3,648 g
10	4,506 g	4,355 g	4,640 g	4,728 g
11	4,506 g	3,896 g	4,589 g	4,664 g

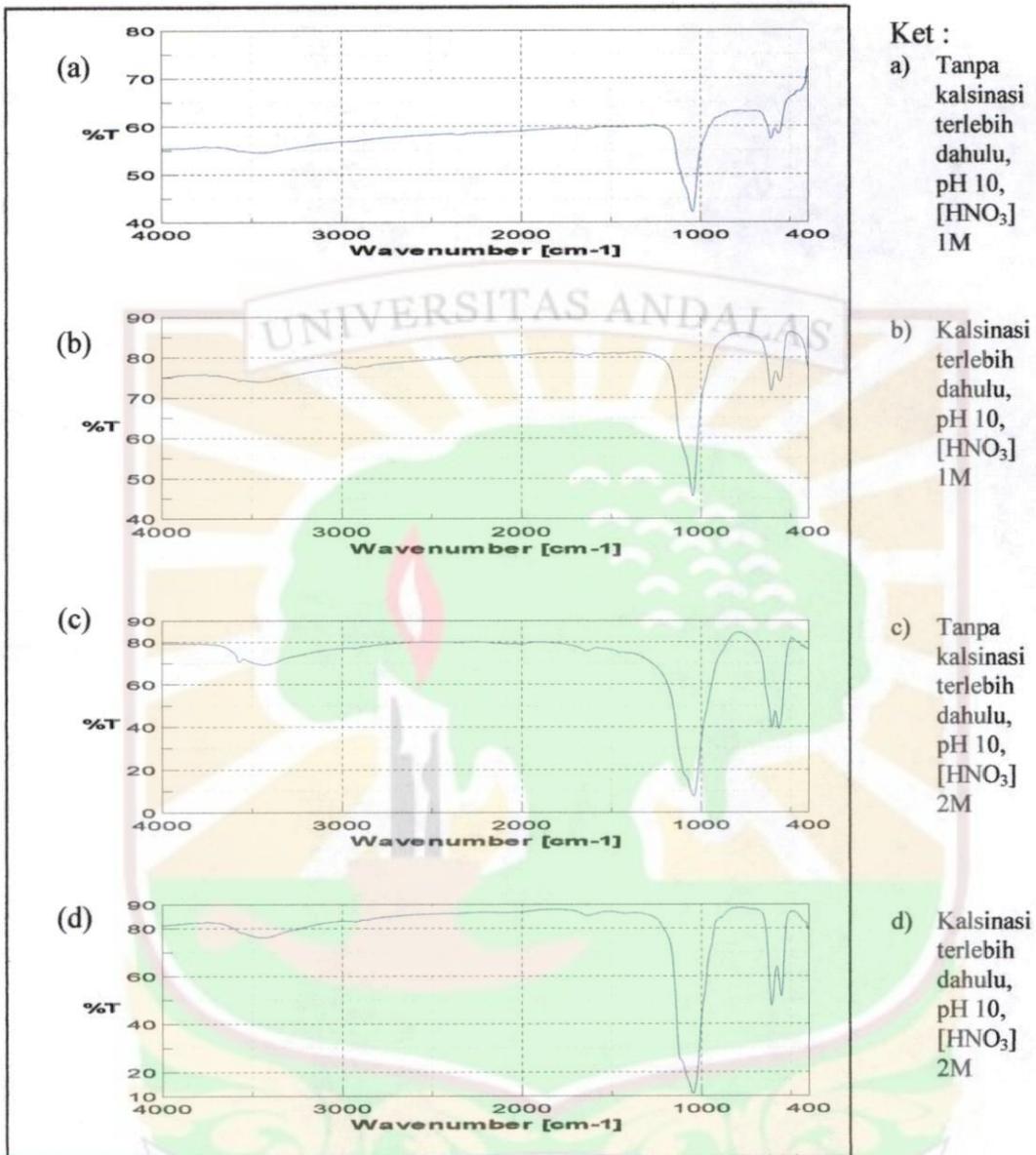
Jumlah powder yang diperoleh dalam sintesis senyawa kalsium fosfat pada pH 7 (netral) paling sedikit dibandingkan pada pH basa lainnya. Konsentrasi asam nitrat tidak terlalu mempengaruhi jumlah powder kalsium fosfat yang dihasilkan, bisa dilihat pada konsentrasi asam nitrat 1M pada masing-masing pH dengan asam nitrat 2M dengan pH yang sama, jumlah powder yang dihasilkan tidak berbeda jauh, begitu juga pada powder kalsium fosfat yang dihasilkan dari kulit telur tanpa kalsinasi dan kalsinasi terlebih dahulu juga tidak berbeda jauh jumlahnya untuk masing-masing variasi pH dan konsentrasi asam nitrat. Namun semakin tinggi pH atau semakin basa sampel kalsium fosfat, maka semakin keras powder kalsium fosfat yang terbentuk.

4.3 Analisis Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis FTIR merupakan langkah awal untuk membuktikan apakah senyawa yang dihasilkan benar mengandung molekul yang diinginkan. Analisis FTIR ini dilakukan pada daerah $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$.

Hasil analisis FTIR terhadap powder kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik tanpa kalsinasi maupun kalsinasi terlebih dahulu pada pH 10 dengan konsentrasi asam nitrat 1M dan 2M ditunjukkan oleh Gambar 8.





Gambar 8. Hasil analisis FTIR terhadap powder kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik tanpa kalsinasi maupun kalsinasi terlebih dahulu pada pH 10 dengan konsentrasi asam nitrat 1M dan 2M

Gambar (a) menunjukkan spektra FTIR dari powder kalsium fosfat dengan kondisi kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10, pita pada 564 cm^{-1} dan 606 cm^{-1} menunjukkan daerah bending P-O pada

gugus PO_4^{3-} , pita pada 1045 cm^{-1} menunjukkan daerah stretching P-O pada gugus PO_4^{3-} . Pita pada 3452 cm^{-1} menunjukkan daerah serapan OH dari molekul air. Pada powder kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik dikalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10 (b), pita pada 553 cm^{-1} dan 606 cm^{-1} menunjukkan daerah bending P-O pada gugus PO_4^{3-} , pita pada 1046 cm^{-1} menunjukkan daerah stretching P-O pada gugus PO_4^{3-} . Pita pada 3453 cm^{-1} menunjukkan daerah serapan OH dari molekul air.

Gambar (c) menunjukkan spektra FTIR dari powder kalsium fosfat dengan kondisi kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10, pita pada 565 cm^{-1} dan 606 cm^{-1} menunjukkan daerah bending P-O pada gugus PO_4^{3-} , pita pada 1041 cm^{-1} menunjukkan daerah stretching P-O pada gugus PO_4^{3-} . Pita pada 1636 cm^{-1} menunjukkan daerah serapan H_2O (H_2O adsorbed). Pita pada 3435 cm^{-1} dan 3567 cm^{-1} menunjukkan daerah serapan OH dari molekul air. Pada powder kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik dikalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10 (d), pita pada 551 cm^{-1} dan 606 cm^{-1} menunjukkan daerah bending P-O pada gugus PO_4^{3-} , pita pada 1045 cm^{-1} menunjukkan daerah stretching P-O pada gugus PO_4^{3-} . Pita pada 1628 cm^{-1} menunjukkan daerah serapan H_2O (H_2O adsorbed). Pita pada 3443 cm^{-1} menunjukkan daerah serapan OH dari molekul air.

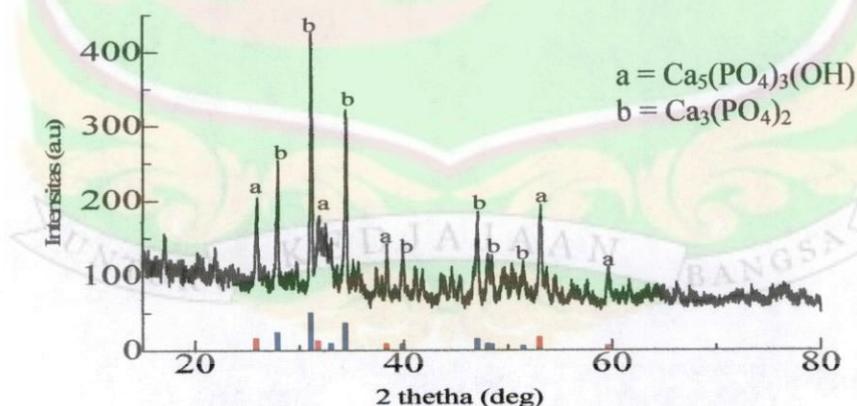
Hasil analisis FTIR ini mendekati hasil penelitian yang dilakukan oleh Ahmed dan Ahsan (2008) di mana kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu menunjukkan pada hasil FTIR nya tidak terdapat gugus CO_3^{2-} , hanya terdapat gugus PO_4^{3-} dan struktur OH karena di akhir pengerjaan, powder kalsium fosfat yang terbentuk

dikalsinasi sehingga menghilangkan gugus CO_3^{2-} . Hasil FTIR powder kalsium fosfat dari kulit telur yang dikalsinasi terlebih dahulu, juga tidak terdapat gugus CO_3^{2-} , sebab di akhir pengerjaan juga dikalsinasi kembali. Hal ini berbeda dengan hasil penelitian Ahmed dan Ahsan (2008) dimana masih terdapat gugus CO_3^{2-} sebab di akhirnya tidak dikalsinasi lagi.

4.4 Analisis Hasil X-ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD dilakukan terhadap sampel kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya berasal dari kulit telur itik tanpa kalsinasi dan kalsinasi terlebih dahulu. Senyawa yang dihasilkan (baik dari kulit telur itik yang tanpa kalsinasi maupun dikalsinasi) dibandingkan dan diperkuat menggunakan standar JCPDS.

Hasil analisis XRD dari sampel kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10 ditunjukkan pada Gambar 9.

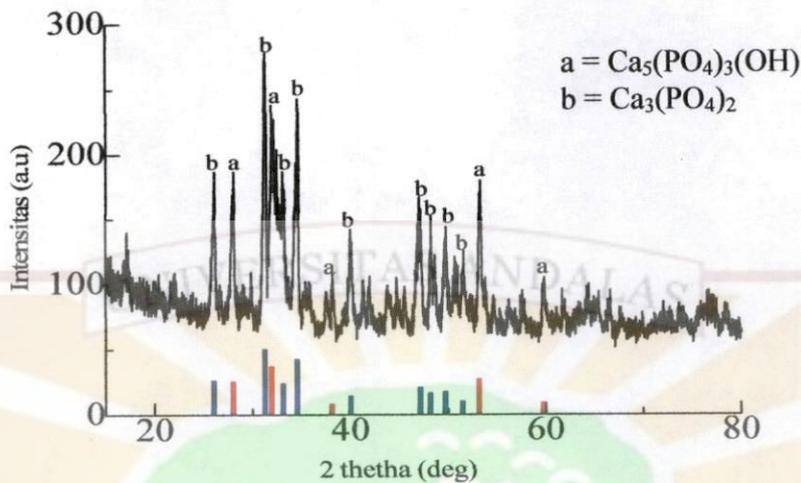


Gambar 9. Pola XRD (sumber kalsium dari kulit telur itik tanpa kalsinasi) pada pH 10, HNO_3 1M

Gambar 9 menunjukkan bahwa terdapat dua campuran senyawa dari sampel kalsium fosfat dengan sumber kalsium dari kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu, puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 31,17^\circ$ dan $34,46^\circ$, dengan merujuk pada JCPDS No. 70-0364 maka senyawa yang terbentuk adalah $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Puncak yang lain juga terlihat pada $2\theta = 27,96^\circ$; $47,09^\circ$; $33,08^\circ$; $48,11^\circ$; $39,93^\circ$; $48,49^\circ$; dan $51,51^\circ$. Berdasarkan data JCPDS No. 76-0694, pada $2\theta = 53,08^\circ$; $25,92^\circ$; $31,86^\circ$; $38,42^\circ$; dan $59,64^\circ$, maka senyawa yang terbentuk adalah Hydroxyapatite $[(\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}))]$. Jadi produk yang terbentuk adalah campuran Hydroxyapatite $[(\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH}))]$ dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

Pola difraksi sinar X juga dapat memberikan informasi mengenai ukuran kristal. Ukuran kristal ini bisa diketahui dengan metode Scherrer, dimana puncak yang tajam dengan lebar puncak yang sempit menandakan bahwa ukuran kristal besar, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristal kecil. Dengan mengukur FWHM (Full Width at Half Maximum) dari puncak dengan refleksi tertinggi maka diperoleh ukuran kristal sampel kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10 adalah 82,89 nm.

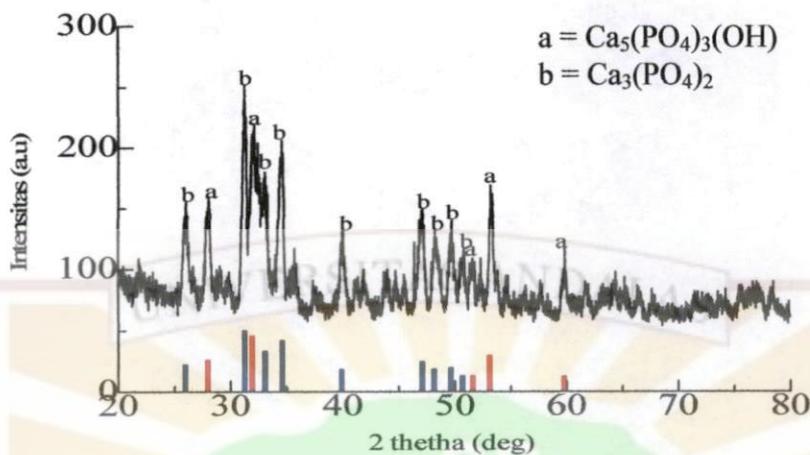
Gambar 10 memperlihatkan pola difraksi sinar X dari sampel kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10.



Gambar 10. Pola XRD (sumber kalsium dari kulit telur itik tanpa kalsinasi) pada pH 10, HNO₃ 2M

Gambar 10 menunjukkan bahwa terdapat dua campuran senyawa dari sampel kalsium fosfat dengan sumber kalsium dari kulit telur itik tanpa kalsinasi terlebih dahulu, sama halnya seperti pada gambar 9, puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 31,33^\circ$ dan $34,63^\circ$, dengan merujuk pada JCPDS No. 70-0364 maka senyawa yang terbentuk adalah Ca₃(PO₄)₂. Puncak yang lain juga terlihat pada $2\theta = 26,09^\circ; 33,18^\circ; 47,19^\circ; 49,75^\circ; 48,22^\circ; 40,09^\circ$; dan $51,54^\circ$. Berdasarkan data JCPDS No. 73-1731, pada $2\theta = 32,007^\circ; 53,20^\circ; 28,09^\circ; 59,77^\circ$; dan $38,17^\circ$, maka senyawa yang terbentuk adalah Hydroxyapatite [(Ca₅(PO₄)₃(OH)]. Jadi produk yang terbentuk adalah campuran Hydroxyapatite [(Ca₅(PO₄)₃(OH)] dan Ca₃(PO₄)₂ dengan ukuran kristal 25,91 nm.

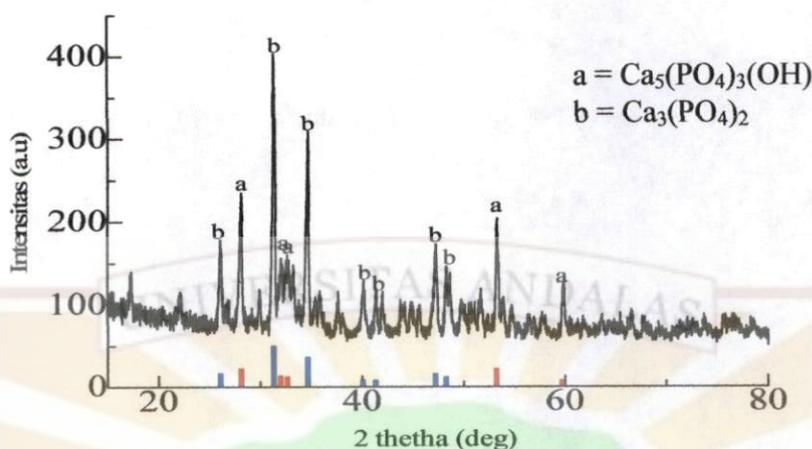
Gambar 11 memperlihatkan pola difraksi sinar X dari sampel kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik dengan kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO₃ 1M pada pH 10.



Gambar 11. Pola XRD (sumber kalsium dari kulit telur itik dengan kalsinasi) pada pH 10, HNO_3 1M

Gambar 11 menunjukkan bahwa terdapat dua campuran senyawa dari sampel kalsium fosfat dengan sumber kalsium dari kulit telur itik dengan kalsinasi terlebih dahulu, puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 31,33^\circ$ dan $34,66^\circ$, dengan merujuk pada JCPDS No. 70-0364 maka senyawa yang terbentuk adalah $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Puncak yang lain juga terlihat pada $2\theta = 33,14^\circ$; $47,15^\circ$; $26,01^\circ$; $49,68^\circ$; $48,19^\circ$; $39,96^\circ$; dan $50,72^\circ$. Berdasarkan data JCPDS No. 76-0694, pada $2\theta = 31,99^\circ$; $53,16^\circ$; $28,03^\circ$; $51,65^\circ$; dan $59,82^\circ$, maka senyawa yang terbentuk adalah Hydroxyapatite [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$]. Jadi produk yang terbentuk adalah campuran Hydroxyapatite [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$] dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dengan ukuran kristal 20,73 nm.

Gambar 12 memperlihatkan pola difraksi sinar X dari sampel kalsium fosfat yang sumber kalsiumnya dari kulit telur itik dengan kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10.



Gambar 12. Pola XRD (sumber kalsium dari kulit telur itik dengan kalsinasi) pada pH 10, HNO_3 2M

Gambar 12 menunjukkan bahwa terdapat dua campuran senyawa dari sampel kalsium fosfat dengan sumber kalsium dari kulit telur itik dengan kalsinasi terlebih dahulu, sama halnya seperti pada gambar 11, puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 31,38^\circ$ dan $34,73^\circ$, dengan merujuk pada JCPDS No. 70-0364 maka senyawa yang terbentuk adalah $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Puncak yang lain juga terlihat pada $2\theta = 26,13^\circ$; $47,26^\circ$; $48,31^\circ$; $40,13^\circ$; dan $41,38^\circ$. Berdasarkan data JCPDS No. 76-0694, pada $2\theta = 28,20^\circ$; $53,29^\circ$; $32,07^\circ$; $32,72^\circ$; dan $59,76^\circ$, maka senyawa yang terbentuk adalah Hydroxyapatite [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$]. Jadi produk yang terbentuk adalah campuran Hydroxyapatite [$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$] dan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dengan ukuran kristal 51,85 nm.

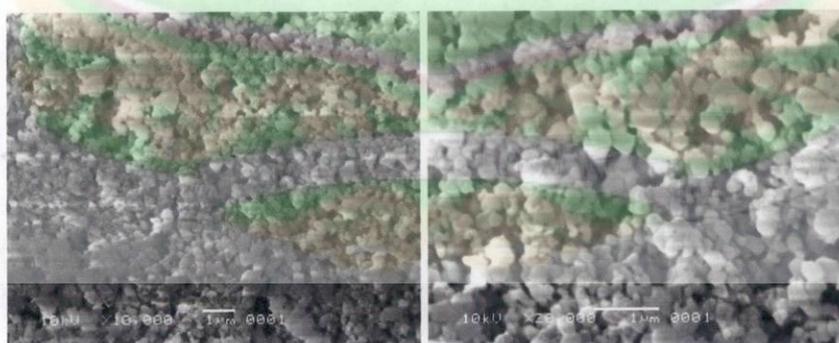
Hasil analisis XRD tersebut memperlihatkan bahwa sampel kalsium fosfat (baik yang sumber kalsiumnya berasal dari kulit telur itik yang dikalsinasi maupun tanpa kalsinasi terlebih dahulu), terdapat campuran senyawa hydroxyapatite dengan

$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Dari hasil penelitian ini tidak diperoleh senyawa hydroxyapatite murni. Hal ini tidak sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Ahmed dan Ahsan (2008) dimana mereka memperoleh hydroxyapatite murni dari kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu kemudian pada pengerjaan akhir dikalsinasi pada suhu 900°C .

4.5. Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis SEM dilakukan terhadap sampel sampel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 1M dan 2M pada pH 10 serta sampel kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO_3 1M dan 2M pada pH 10.

Gambar 13 menunjukkan hasil SEM dari partikel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10 memperlihatkan bentuk seperti partikel bulat kecil yang rapat dengan ukuran partikel sekitar $0,1 - 0,4 \mu\text{m} =$ sekitar $100 - 400 \text{ nm}$.

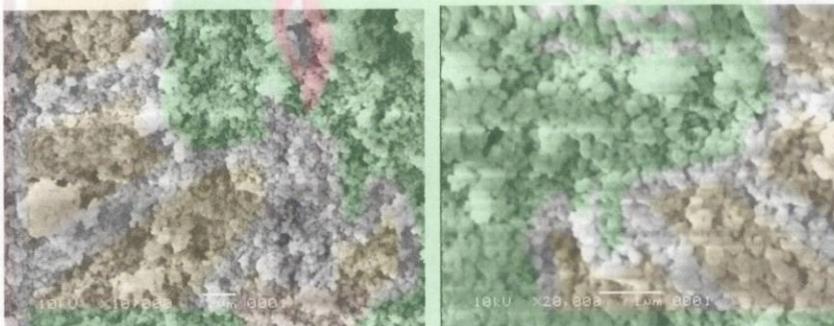


Gambar 13. SEM powder kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10

Gambar 13 menunjukkan gambar SEM dari sampel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi dengan konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10.

Senyawa yang terbentuk merupakan campuran dari $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dan Hydroxyapatite. Dari gambar terlihat gabungan partikel seperti gumpalan-gumpalan.

Gambar 14 memperlihatkan hasil SEM dari partikel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10 dengan bentuk seperti partikel bulat kecil yang rapat dengan ukuran partikel sekitar $0,22 - 0,44 \mu\text{m} = \text{sekitar } 220 - 440 \text{ nm}$.

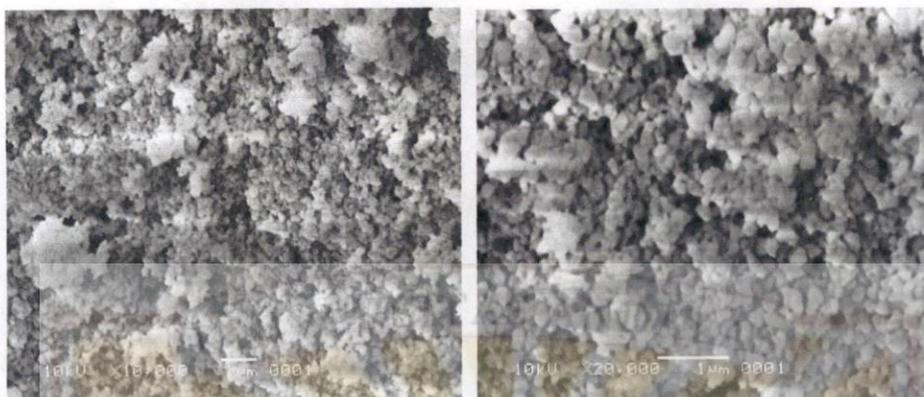


Gambar 14. SEM powder kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi dimana konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10

Gambar 14 menunjukkan gambar SEM dari sampel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi dengan konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10.

Senyawa yang terbentuk merupakan campuran dari $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dan Hydroxyapatite. Dari gambar terlihat gabungan partikel seperti gumpalan-gumpalan.

Gambar 15 memperlihatkan hasil SEM dari partikel kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10 dengan bentuk seperti partikel bulat kecil yang rapat dengan ukuran partikel sekitar $0,22 - 0,44 \mu\text{m} = \text{sekitar } 220 - 440 \text{ nm}$.

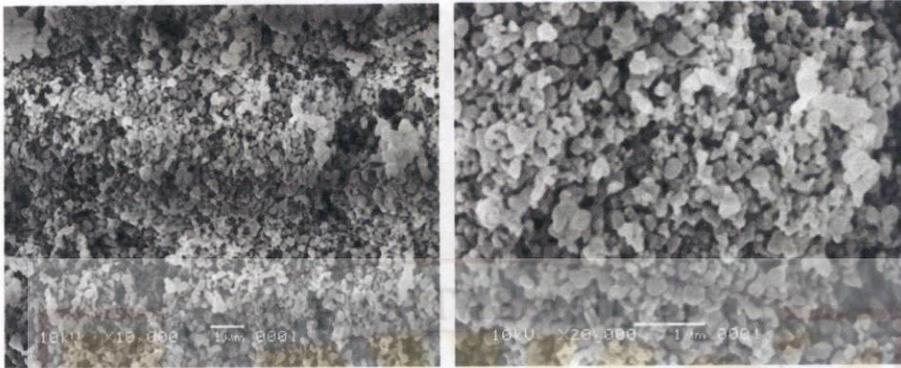


Gambar 15. SEM powder kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi dimana konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10

Gambar 15 menunjukkan gambar SEM dari sampel kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi dimana konsentrasi HNO_3 1M pada pH 10.

Senyawa yang terbentuk merupakan campuran dari $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dan Hydroxyapatite. Dari gambar terlihat gabungan partikel seperti gumpalan-gumpalan.

Gambar 16 memperlihatkan hasil SEM dari partikel kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10 dengan bentuk seperti partikel bulat kecil yang rapat dengan ukuran partikel sekitar $0,22 - 0,44 \mu\text{m} =$ sekitar 220 – 440 nm.



Gambar 16. SEM powder kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi dimana konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10

Gambar 16 menunjukkan gambar SEM dari sampel kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi dimana konsentrasi HNO_3 2M pada pH 10. Senyawa yang terbentuk merupakan campuran dari $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dan Hydroxyapatite. Dari gambar terlihat gabungan partikel seperti gumpalan-gumpalan.

Dari keseluruhan hasil SEM tampak bahwa sampel kalsium fosfat dari kulit telur dengan kalsinasi maupun tanpa kalsinasi terlebih dahulu dimana konsentrasi HNO_3 1M dan 2M pada pH 10, bentuk partikelnya hampir mirip yaitu berbentuk seperti partikel bulat yang rapat dan berbentuk seperti gumpalan-gumpalan.



V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa kalsium fosfat bisa disintesis dari kulit telur sebagai sumber kalsium. Adanya perlakuan dari kulit telur yang dikalsinasi maupun tanpa kalsinasi terlebih dahulu tidak terlalu menunjukkan pengaruh yang berarti karena dari analisis FTIR, XRD, dan SEM menunjukkan hasil yang serupa satu sama lainnya. Hal ini disebabkan pada akhir pengerjaan dikalsinasi kembali. Variasi konsentrasi asam nitrat tidak terlalu mempengaruhi jumlah powder kalsium fosfat yang terbentuk baik dari kulit telur yang dikalsinasi maupun tidak dikalsinasi terlebih dahulu, dan juga tidak terlalu mempengaruhi morfologi dari senyawa kalsium fosfat yang dihasilkan karena dari hasil SEM tampak serupa. Tetapi variasi pH mempengaruhi jumlah powder kalsium fosfat yang dihasilkan, namun tidak terlalu signifikan. Dari hasil penelitian diperoleh campuran dari hydroxyapatite dengan $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya, disarankan dalam mempelajari sintesis senyawa kalsium fosfat dari kulit telur dengan metode presipitasi, agar dapat memvariasikan suhu kalsinasi sampai pada suhu 900°C .

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin. 2008. *Pengantar Nanosains*. Bandung : ITB.
- Ahmed, Samina dan Ahsan Mainul. 2008. *Synthesis of Ca-hydroxyapatite Bioceramic from Egg Shell and its Characterization*. Bangladesh J. Sci. Ind. Res. 43(4), 501-512.
- Cahyanto, Arief. 2009. *Biomaterial*. Bandung : Universitas Padjadjaran.
- Dasgupta,dkk. 2004. *Sintesis dan karakterisasi Hydroxyapatite yang Dihasilkan Dari Cangkang Telur*. India : Departemen dan Material Metallurgi Engineering, India Institute of Technology Madras.
- Eslami, Hossein dkk. 2008. *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Nanocrystals via Chemical Precipitation Technique*. Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences Spring. 4(2), 127-134.
- Giwangkara S, EG. 2006. *Aplikasi Logika Syaraf Fuzzy Pada Analisis Sidik Jari Minyak Bumi Menggunakan Spetrotometer Infra Merah – Transformasi Fourier (FT-IR)*. Cepu : Sekolah Tinggi Energi dan Mineral.
- Holanda, JNF dan MN Freire. 2006. *Karakterisasi Limbah Kulit Telur Unggas Bertujuan Penggunaannya Dalam Dinding Ubin Keramik Paste*. Brazil : Universidade Estadual do Norte Fluminense. 52(324), 240-244.
- Jiunkpe. 2007. *Penetas Telur*. Universitas Kristen Petra.
- Kannan,S., et al. 2005. *Effect of Ca/P of Precursors on The Formation of Different Calcium Apatite Ceramics-An X-Ray Diffraction Study*, Scripta Materialia. pp: 1259-1262
- Kasim, Syah Rizal Bin. 2008. *Sintesis β – TCP Dengan Kaedah Basah Serta Penghasilan Dan Pencirian Komposit β – TCP/ CPP*. Malaysia : Universitas Sains Malaysia.
- Liang C., Yang, Y, Li, Z, Yang., and W, Lu. 2004. *Synthesis of Calcium Phosphate/ Calcium Sulphate Powder*. J. Material Chemistry and Physics, pp: 285-289.
- Monmaturapoj, Naruporn. 2008. *Nano-size Hydroxyapatite Powders Preparation by Wet-Chemical Precipitation Route*. Journal of Metals, Materials and Minerals. Vol.18 No.1 pp.15-20.

- Mutiara, PA. 2010. *Penetapan Kadar Kalsium Pada Kulit Telur Ayam Ras, Kulit Telur ayam NonRas Dan Kulit Itik Secara Spectrofometri Serapan Atom*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Nicolodi, Laura, Emma Sjölander, Kristoffer Olsson. 2004. *Biocompatible Ceramics -An Overview of Applications and Novel Materials*. Smart Electronic Materials.
- Puspita, Chrisye Dewi. 2007. *Spektroskopi Serapan Atom, Spektroskopi Massa, Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti*. Yogyakarta : Universitas Sanata Dharma.
- Sahin, Erdem. 2006. *Synthesis And Characterization Of Hydroxyapatite Alumina – Zirconia Biocomposites*. Izmir.
- Sasikumar, S., R. Vijayaraghavan. 2006. *Low Temperature of Nanocrystalline Hydroxyapatite from Egg Shells by Combustion Method*. Tamilnadu : Department of Chemistry, Vellore Institute of Technology, Deemed University.
- Tennyson, Wesley. *X – Ray Diffraction*.ppt.
- Vogel. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : PT Kalman Media Pusaka.
- Ylinen, Pekka. 2006. *Application of Coralline Hydroxyapatite with Bioabsorbable Containment and Reinforcement as Bone Graft Substitute*. Finland : Department of Orthopaedics and Traumatology, Helsinki University Central Hospital and University of Helsinki
- Yulianti, Dona. 2008. *Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hydroxyapatite dari Kulit Telur Dengan Metode Solution Combustion*. Bandung : ITB.

Larutan II dibuat dengan cara :

$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dilarutkan dengan aquades, kemudian dibuat volume 100 ml.

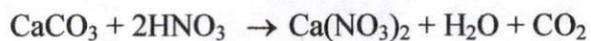
Kemudian diatur pH 7, 8, 9, 10, 11 dengan larutan amoniak.



Lampiran II. Perhitungan Pembuatan Komposisi Larutan

1. Tanpa kalsinasi :

Reaksi Awal:



$$\text{Massa CaCO}_3 = 5 \text{ g}$$

$$\text{Volume asam nitrat : } 1\text{M HNO}_3 = 100 \text{ ml}$$

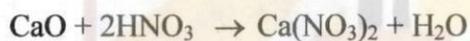
$$2\text{M HNO}_3 = 50 \text{ ml}$$

$$\text{Mol CaCO}_3 = \frac{5 \text{ g}}{100 \text{ g/mol}} = 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{Mol CaCO}_3 = \text{Mol Ca(NO}_3)_2$$

2. Kalsinasi :

Reaksi Awal:



$$\text{Massa CaO} = 2,8 \text{ g}$$

$$\text{Volume asam nitrat : } 1\text{M HNO}_3 = 100 \text{ ml}$$

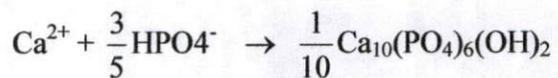
$$2\text{M HNO}_3 = 50 \text{ ml}$$

$$\text{Mol CaO} = \frac{2,8 \text{ g}}{56 \text{ g/mol}} = 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{Mol CaO} = \text{Mol Ca(NO}_3)_2$$

3. Sumber fosfat : $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

Reaksi :



Perbandingan $\frac{\text{Ca}}{\text{P}} = \frac{1}{3/5} = \frac{5}{3} = 1,67$

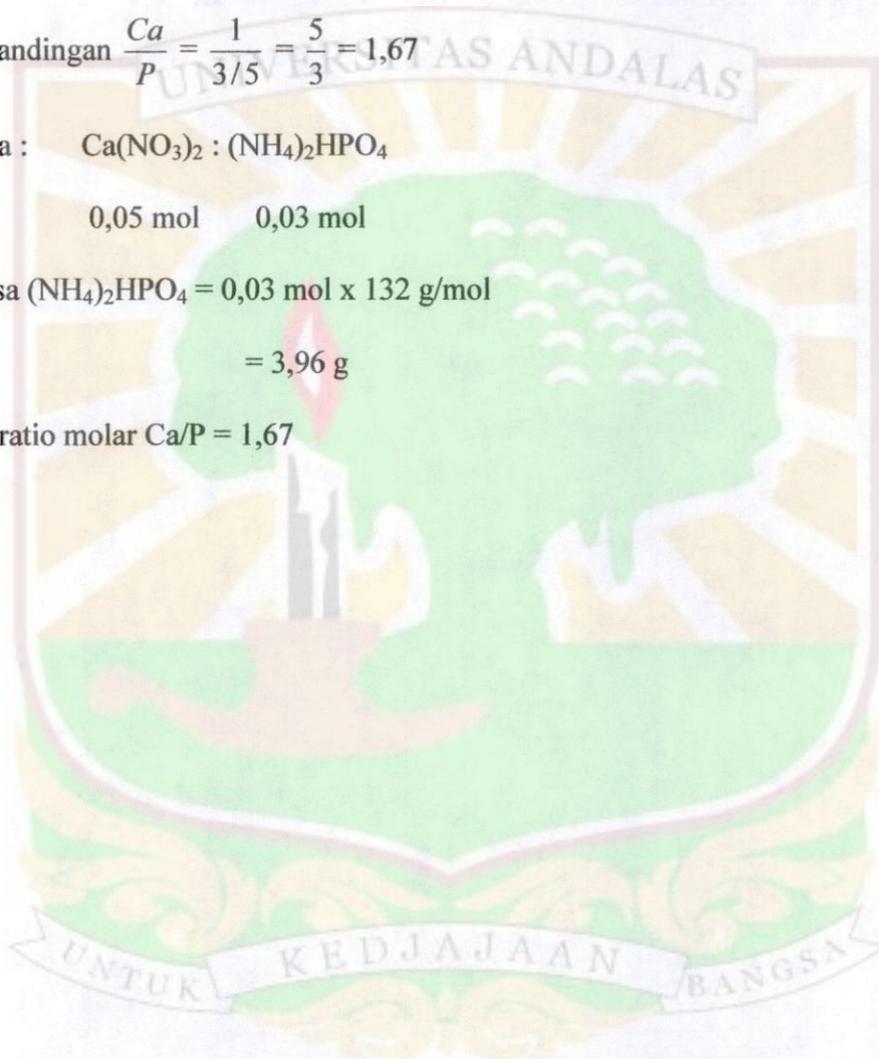
Maka : $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 : (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

0,05 mol 0,03 mol

Massa $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 = 0,03 \text{ mol} \times 132 \text{ g/mol}$

= 3,96 g

Jadi ratio molar Ca/P = 1,67



Lampiran III

Perhitungan ukuran kristal senyawa kalsium fosfat yang dihasilkan sebagai berikut :

Scherrer's formula

$$L = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana :

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

λ = Panjang gelombang sinar X untuk Cu K α = 0,15405 nm

θ = Sudut Bragg

β = FWHM (Full Width at Half Maximum) pada $2\theta \times \frac{\pi}{180}$

A. Ukuran kristal sampel dengan pH 10, M HNO₃ = 1M

1. Kalsinasi T = 750°C

$$\beta = \text{FWHM} = 0,3936 \times \frac{\pi}{180} = 6,87238 \cdot 10^{-3}$$

$$\cos \theta = \frac{31,327}{2} = 15,6635$$

$$\cos 15,6635 = 0,962864$$

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405}{6,87238 \cdot 10^{-3} \times 0,962864} = 0,0207316 \cdot 10^3 = 20,73 \text{ nm}$$

2. Tanpa kalsinasi

$$\beta = \text{FWHM} = 0,0984 \times \frac{\pi}{180} = 1,718 \cdot 10^{-3}$$

$$\cos \theta = \frac{31,167}{2} = 15,5835$$

$$\cos 15,5835 = 0,96324$$

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405}{1,718 \cdot 10^{-3} \times 0,96324} = 0,082898 \cdot 10^3 = 82,89 \text{ nm}$$

B. Ukuran kristal sampel dengan pH 10, M HNO₃ = 2M

1. Kalsinasi T = 750°C

$$\beta = \text{FWHM} = 0,1574 \times \frac{\pi}{180} = 2,74825 \cdot 10^{-3}$$

$$\cos \theta = \frac{31,3863}{2} = 15,69315$$

$$\cos 15,69315 = 0,962725$$

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405}{2,74825 \cdot 10^{-3} \times 0,962725} = 0,05185 \cdot 10^3 = 51,85 \text{ nm}$$

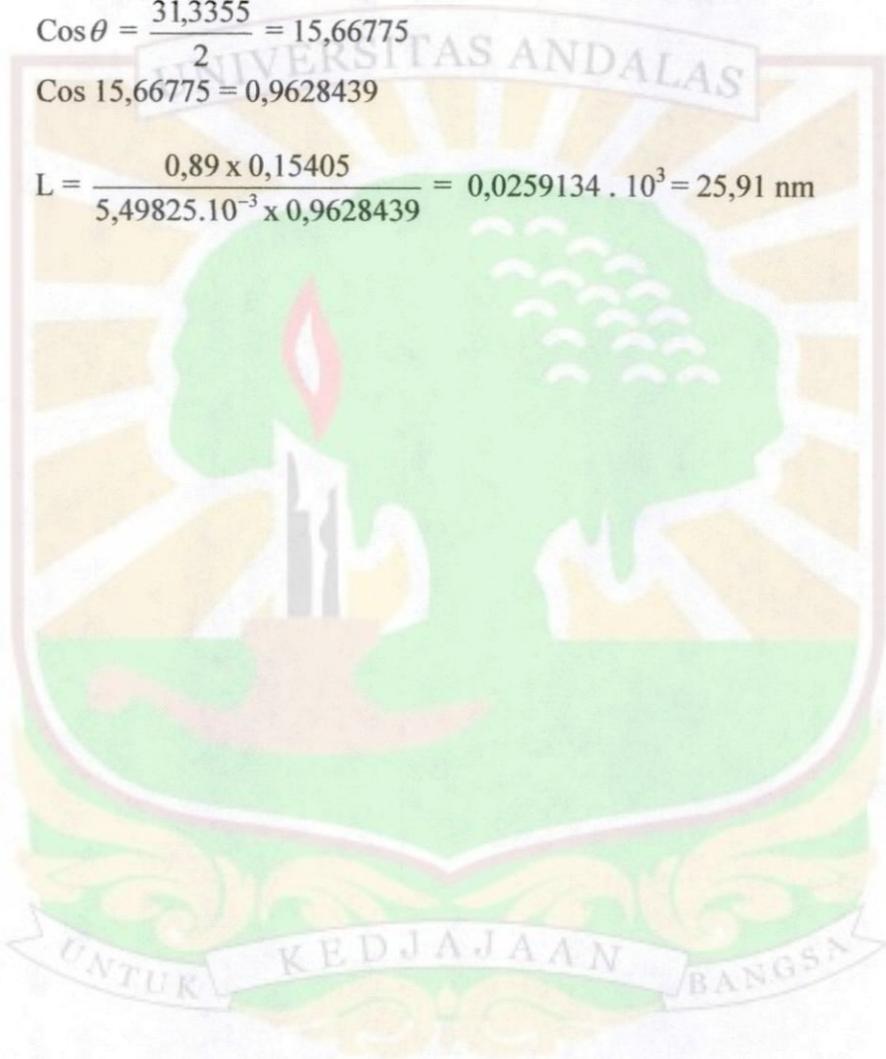
2. Tanpa kalsinasi

$$\beta = \text{FWHM} = 0,3149 \times \frac{\pi}{180} = 5,49825 \cdot 10^{-3}$$

$$\cos \theta = \frac{31,3355}{2} = 15,66775$$

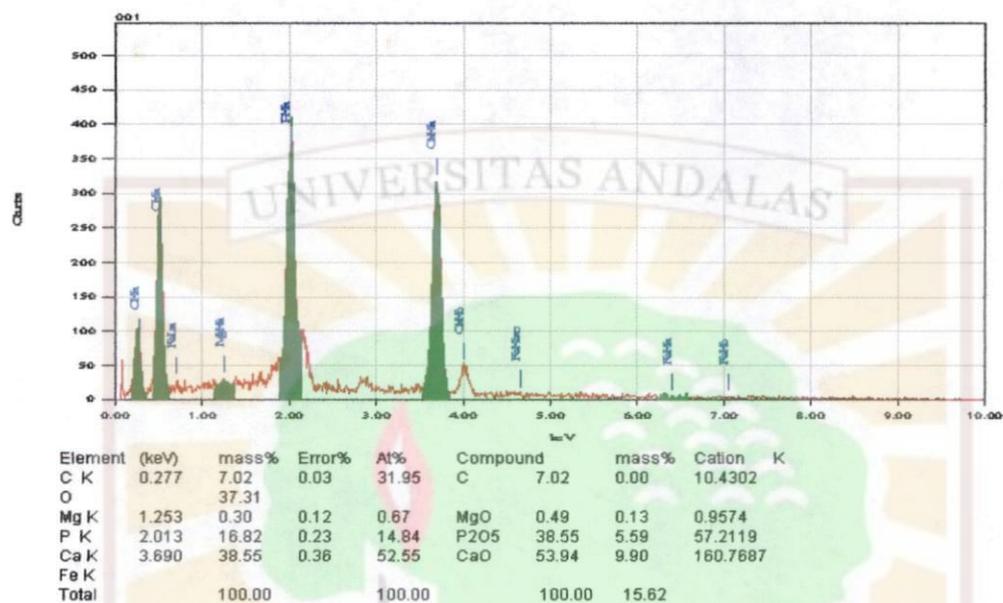
$$\cos 15,66775 = 0,9628439$$

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405}{5,49825 \cdot 10^{-3} \times 0,9628439} = 0,0259134 \cdot 10^3 = 25,91 \text{ nm}$$

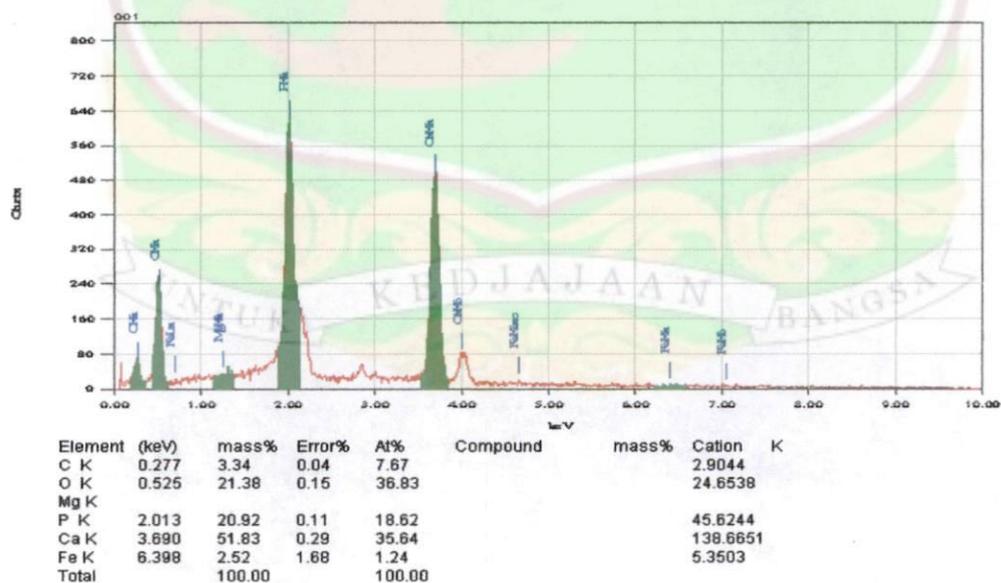


Lampiran IV. Hasil EDS

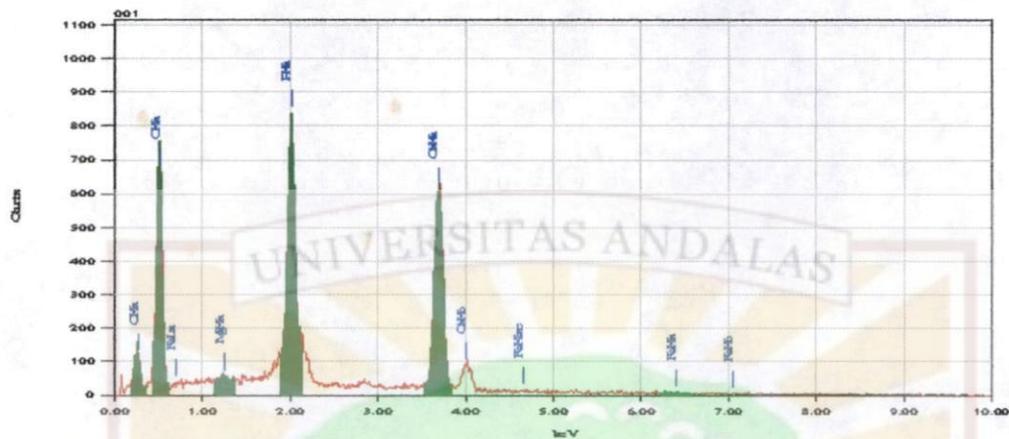
A. Tanpa kalsinasi pada pH 10, [HNO₃] 1M



B. Tanpa kalsinasi pada pH 10, [HNO₃] 2M

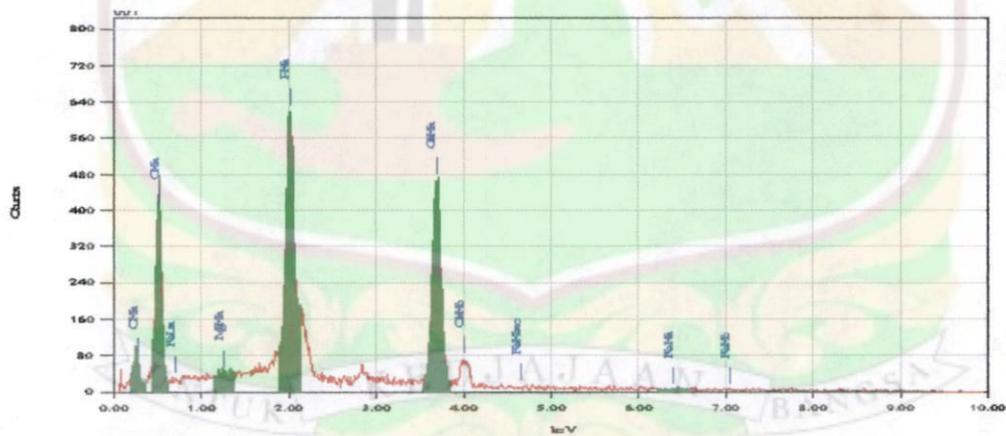


C. Kalsinasi pada pH 10, [HNO₃] 1M



Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass%	Cation	K
C	0.277	4.82	0.03	9.49				4.2333
O	0.525	34.98	0.09	51.71				44.7099
Mg	1.253	0.16	0.06	0.16				0.3220
P	2.013	18.65	0.08	14.24				39.2858
Ca	3.690	41.24	0.21	24.34				106.4263
Fe	6.398	0.14	1.22	0.06				0.2957
Total		100.00		100.00				

D. Kalsinasi pada pH 10, [HNO₃] 2M



Element	(keV)	mass%	Error%	At%	Compound	mass%	Cation	K
C	0.277	3.72	0.03	19.61	C	3.72		5.4023
O		38.87						
Mg	1.253	0.17	0.09	0.44	MgO	0.28		0.5438
P	2.013	17.94	0.18	18.33	P2O5	41.12		61.7978
Ca	3.690	38.39	0.29	60.60	CaO	53.72		162.3524
Fe	6.398	0.90	1.55	1.02	FeO	1.16		3.0157
Total		100.00		100.00		100.00		15.41

Lampiran V. Rasio molaritas Ca/P sampel

Nilai Ca/P diperoleh dengan menghitung mol Ca dan P dari persentase massa hasil EDS dibagi dengan bobot atom Ca dan P, kemudian mol Ca dibagi dengan mol P.

Kode sampel	Ca/P
S1	1,78
S2	1,92
S3	1,71
S4	1,66

Keterangan :

- S1 = Sampel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu pada pH 10, $[\text{HNO}_3] = 1\text{M}$
- S2 = Sampel kalsium fosfat dari kulit telur tanpa kalsinasi terlebih dahulu pada pH 10, $[\text{HNO}_3] = 2\text{M}$
- S3 = Sampel kalsium fosfat dari kulit telur dikalsinasi terlebih dahulu pada pH 10, $[\text{HNO}_3] = 1\text{M}$
- S4 = Sampel kalsium fosfat dari kulit telur dikalsinasi terlebih dahulu pada pH 10, $[\text{HNO}_3] = 2\text{M}$