

TPM 14

Konversi Kulit Kerang Darah (*Anadara granosa*) Menjadi Serbuk Hidroksiapatit

Silvia Reni Yenti, Ervina, Ahmad Fadli, dan Idral Amri

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Binawidya Km 12,5 Pekanbaru 28293

ervina.hunafa@gmail.com

Abstrak

Hidroksiapatit (HA) dapat dibuat dari kulit kerang darah (*Anadara granosa*). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kecepatan pengadukan dan waktu reaksi terhadap karakteristik hidroksiapatit. Metode pembuatan hidroksiapatit untuk memperoleh hidroksiapatit dengan kemurnian tinggi, maka digunakan metode hidrotermal suhu rendah dengan kondisi operasi pada suhu 90°C. Prosedur penelitian dimulai dengan mempersiapkan bahan baku kulit kerang yang di kalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam, kemudian diperoleh konsentrasi CaO hasil analisa AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) adalah 76,2%. dengan mereaksikan 36,9 gr NH₄H₂PO₄ dilarutkan dalam 600 mL *aquadest* lalu ditambahkan CaO dari kulit kerang sebanyak 39,37 gr pada kecepatan pengadukan 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm serta waktu reaksi 5 menit sampai 150 menit. Campuran direaksikan pada suhu sintesis 90°C sampai terbentuk pasta. Pasta tersebut dikeringkan didalam oven pada suhu 120°C selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu 900°C selama 1 jam. Hasil penelitian yang menunjukkan hasil terbaik diperoleh dari kecepatan pengadukan 300 rpm adalah hidroksiapatit dengan fraksi massa 95%. Pengaruh kecepatan pengadukan adalah semakin besar kecepatan pengadukan, maka fraksi massa yang diperoleh akan semakin tinggi. Sedangkan waktu reaksi berpengaruh terhadap peningkatan hidroksiapatit, dengan semakin lama waktu reaksi menyebabkan terjadinya peningkatan CaO yang terkonversi menjadi hidroksiapatit.

Kata kunci: Hidroksiapatit, Hidrotermal, Kulit kerang.

1.0 PENDAHULUAN

Implan tulang merupakan salah satu material sintetik yang digunakan sebagai alternatif penyembuhan patah tulang. Tulang memiliki kapasitas untuk mengalami pertumbuhan regeneratif, tetapi pada berbagai kasus klinis masih diperlukan pembedahan dan tranplantasi. Rekonstruksi dengan tranplantasi dapat dilakukan dengan *allograft*, *autograft*, *xenograft* ataupun berbagai biomaterial sintesis. Biomaterial sintesis diharapkan dapat mengatasi limitasi *allograft*, *autograft* ataupun *xenograft* (Sopyan, dkk., 2007). Hidroksiapatit (HA) dapat digunakan sebagai implan sintetik karena memiliki struktur yang sama dengan struktur tulang dan gigi (Muntamah, 2011).

Hidroksiapatit dapat disintesis dengan berbagai metode, yaitu metode presipitasi, metode *mechano chemical*, metode *solid state reaction*, metode *sol gel*, dan metode hidrotermal suhu rendah. Metode hidrotermal merupakan metode yang paling tepat untuk memperoleh hidroksiapatit dengan kualitas bagus, kemurnian tinggi, bentuk ukuran seragam, kristalinitas tinggi, dan reaktivitas sangat tinggi (Yoshimura dan Byrappa, 2008). HA dapat

dibuat dengan cara alami dan sintetik. Senyawa alami tersebut diperoleh kulit kerang. Dinas Perikanan dan Kelautan Provinsi Riau (2012) menyatakan bahwa Provinsi Riau menghasilkan kerang sebanyak 34.388.500 ton selama tahun 2012. Provinsi Riau merupakan provinsi yang banyak menghasilkan kerang sehingga banyak limbah kulit kerang yang dapat mencemari lingkungan. Oleh karena itu, dilakukan upaya untuk mengurangi pencemaran lingkungan dengan memanfaatkan limbah kulit kerang sebagai bahan baku pembuatan HA. Bentuk dan ukuran kulit kerang dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kulit kerang darah

Komposisi mineral cangkang kerang dari Pantai Barat adalah 98,7% CAC, 0,05% Mg, 0,9% Na, 0,02% P dan 0,2% lainnya. Jika dibandingkan dengan kulit telur yang memiliki komposisi kalsium karbonat 94%, kalsium posfat 1%, magnesium karbonat 1% dan bahan lainnya 4%. Kulit kerang memiliki komposisi kalsium karbonat yang lebih tinggi daripada kulit telur. Kalsium karbonat tersebut digunakan sebagai *precursor* dalam pembuatan HA (Desparesi, 2015).

Metode hidrotermal menggunakan air sebagai pelarut yang dipanaskan dalam bejana tertutup. Pada sintesis *nano* HA dalam metode ini dipilih kalsium (Ca) dan fosfor (P) yang selanjutnya dilakukan pencampuran dengan ratio Ca/P adalah 1,67. Setelah pencampuran kemudian di simpan dan di cuci lalu di saring. Tahap akhir pengeringan dengan menggunakan oven dan kalsinasi dengan menggunakan *furnace* (Pandya dan Anitha, 2014). Reaksi yang terjadi pada sintesis HA menggunakan metode hidrotermal dengan suhu operasi 90°C dengan kecepatan pengadukan 300 rpm dan waktu pengadukan (waktu reaksi) selama 150 menit adalah reaksi heterogen. Suhu kalsinasi kulit kerang 1000°C selama 6 jam menyebabkan terjadinya dekomposisi kalsium karbonat (CaCO₃) menjadi kalsium oksida (CaO). Sintesis HA dilakukan menggunakan (CaO) dari kulit kerang yang direaksikan dengan ammonium dihidrogen posfat (NH₄H₂PO₄) pada suhu operasi 90°C dan suhu kalsinasi optimum HA 900°C dengan menggunakan metode hidrotermal suhu rendah selama 1 jam.

2.0 METODOLOGI

2.1 Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit kerang darah (*Anadara granosa*) yang telah dikalsinasi yang berasal dari limbah pasar Terapung, Tembilahan, Kabupaten Indragiri Hilir. Bahan kimia yang digunakan adalah ammonium dihidrogen posfat (NH₄H₂PO₄, Merck, Germany) dan *aquadest*.

Peralatan yang digunakan yaitu satu rangkaian alat sintesis hidroksiapatit, yaitu; gelas piala (1000 ml), gelas ukur (10 ml), cawan porselen, pipet tetes, neraca analitik, *oven*, dan *furnace*.

2.2 Prosedur Penelitian

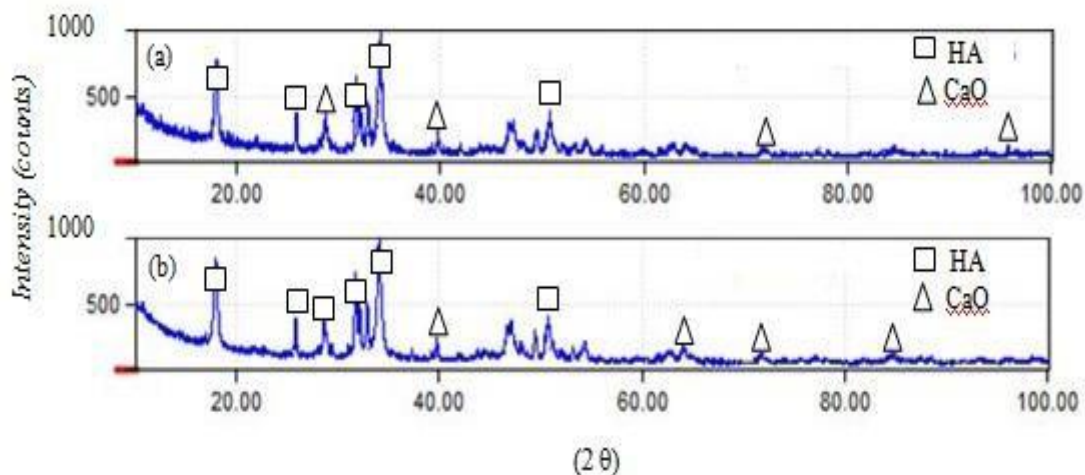
Persiapan bahan baku, mula-mula kulit kerang dicuci dan dikeringkan kemudian dihancurkan. Setelah itu diayak dengan ukuran -100/+200 mesh.

Kulit kerang selanjutnya dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam diperoleh CaO. Konsentrasi CaO hasil analisa AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) adalah 76,2%. Reaksi hidrotermal terjadi setelah CaO 39,37 g dari kulit kerang dicampurkan dengan campuran $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 36,90 g dan *aquadest* 600 ml. Reaksi berlangsung dengan variasi waktu reaksi 5, 30, 60, 90, dan 150 menit dengan kecepatan pengadukan 100 rpm dan 300 rpm. Hidroksiapatit yang telah disintesis kemudian di oven selama 12 jam pada suhu 120°C, kemudian HA di kalsinasi selama 1 jam pada suhu 900°C. HA yang telah di kalsinasi kemudian di analisa menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan XRD (*X-Ray Diffraction*).

3.0 HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisa HA menggunakan XRD

Gambar 2 (a) menunjukkan sintesis yang dilakukan pada kecepatan pengadukan 100 rpm dengan suhu sintesis 90°C dan dikalsinasi pada suhu 900°C diberbagai waktu reaksi menunjukkan mayoritas produk yang dihasilkan adalah HA. Puncak HA dari Gambar 2 memiliki nilai hkl yang mirip dengan pola karakterisasi hasil analisa XRD hidroksiapatit standar dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dengan No. 09-432 yakni (002), (112) dan (300) dengan sudut 2θ 25,811°; 32,149° dan 32,936°. Pada Gambar 2 (a), HA sudah terbentuk pada waktu reaksi berjalan selama waktu 150 menit. Saat reaksi berlangsung terlihat fasa kristal yang paling dominan adalah HA dengan tinggi puncak 2016 counts.

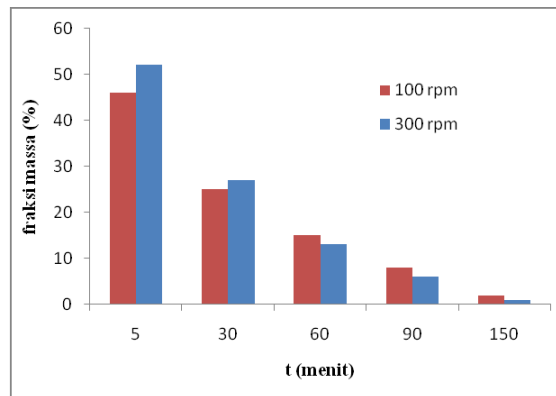


Gambar 2. Difraktogram HA dan CaO pada kecepatan pengadukan (a) 100 rpm dan (b) 300 rpm

Gambar 2 (b) menunjukkan difraktogram HA mulai dari waktu reaksi 5 menit sampai waktu maksimal reaksi 150 menit yang disintesis pada suhu 90°C, kecepatan pengadukan 300 rpm dan kalsinasi produk 900°C. Puncak dengan intensitas tertinggi dengan hkl (002), (112) dan (300) terdapat pada variasi waktu 150 menit dengan sudut 2θ yaitu 25,879°; 32,193°; dan 32,899° dengan tinggi puncak 2464 counts.

3.2 Pengaruh Waktu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan terhadap Pengurangan CaO

Peningkatan waktu reaksi mempengaruhi fraksi massa yang dihasilkan, semakin lama waktu reaksi fraksi massa CaO semakin sedikit karena CaO terkonversi menjadi HA. Pada waktu 5 menit diperoleh CaO 46%, sedangkan pada waktu 150 menit CaO semakin sedikit, yaitu 2%. Fraksi massa penurunan CaO dari waktu ke waktu ditampilkan pada Gambar 3.

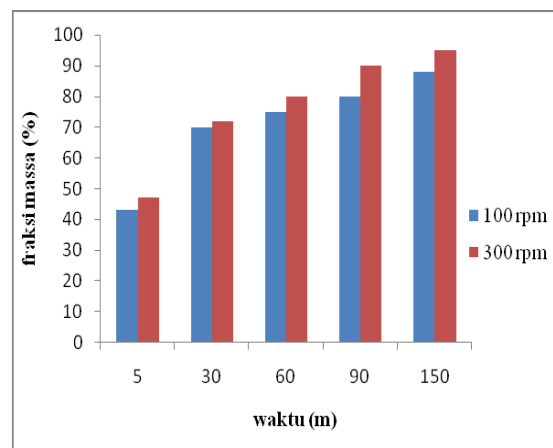


Gambar 3. Fraksi Massa Pengurangan CaO Pada Kecepatan Pengadukan 100 rpm dan 300 rpm terhadap Waktu Reaksi

3.3 Pengaruh Waktu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan terhadap Yield HA

HA yang dihasilkan semakin meningkat dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan, semakin besar kecepatan pengadukan sehingga terjadi tumbukan yang mempercepat terjadinya reaksi antara CaO dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ membentuk HA.

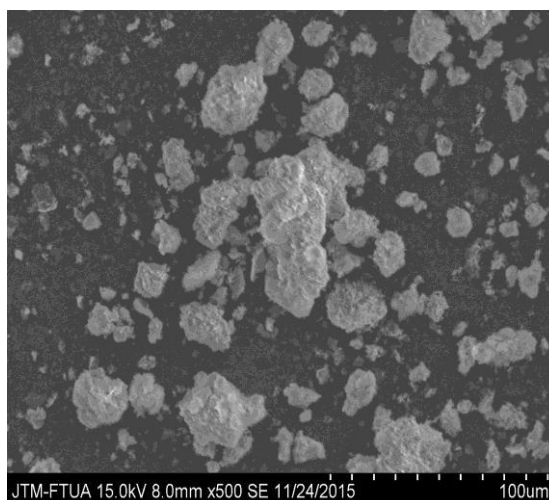
Peningkatan fraksi massa HA pada waktu reaksi 30 menit dengan kecepatan pengadukan 100 rpm dan 300 rpm masing-masing adalah 43% dan 47%. Sedangkan pada waktu reaksi 150 menit diperoleh HA dengan kecepatan pengadukan 100 rpm dan 300 rpm masing-masing adalah 88% dan 95% dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Fraksi Massa Pembentukan HA pada Kecepatan Pengadukan 100 rpm dan 300 rpm Terhadap Waktu Reaksi

3.4 Morfologi HA

Hasil observasi sampel menggunakan SEM pada Gambar 5 dengan perbesaran 500x dapat dilihat partikel yang ditemukan dalam bentuk di aglomerasi (Adzila dkk., 2012). Hal ini menunjukkan partikel tunggal dari HA terbuat dari aglomerasi mikro berukuran butiran. Butiran ini mungkin di aglomerasi karena pembentukan HA selama proses sintesis (Agrawal dkk., 2011). Ukuran butiran 5 μm sampai 50 μm .



Gambar 5. Mikrograp SEM HA dengan metode hidrotermal suhu rendah kecepatan pengadukan 300 rpm terhadap waktu reaksi

4.0 KESIMPULAN

Hidroksiapatit (HA) dapat dihasilkan dari kulit derang darah (*Anadara granosa*) dengan konsentrasi 76,2%. Kecepatan pengadukan 300 rpm diperoleh tinggi puncak HA 2464 *counts*, sedangkan pada 100 rpm tinggi puncak HA 2016 *counts*. Konsentrasi HA yang dihasilkan dari kecepatan pengadukan 100 rpm pada waktu reaksi 150 menit adalah 88%. Produk (HA) terbaik diperoleh pada waktu reaksi 150 menit dengan kecepatan pengadukan 300 rpm dan suhu sintesis 90°C dengan konsentrasi HA tertinggi mencapai 95%.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada kemenristek dikti yang membiayai penelitian ini melalui Skim Hibah Bersaing 2016.

Daftar Pustaka

- Adzila, S., Sopyan, I., & Hamdi, M. 2012. "Mechanochemical Synthesis of Hydroxyapatite Nanopowder: Effects Of Rotation Speed And Milling Time on Powder Properties". Trans Tech Publications 110-116: 3639-3644.
- Agrawal, K., Singh, G, Puri, D., & Prakash, S. 2011. "Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Sol-Gel Method for Biomedical Application". Journal of Minerals Materials Characterization Engineering 10(8) : 727-734.
- Desparesi, Y.A.A. 2014. "Model Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Kulit Kerang dengan Metode Hidrotermal Suhu Rendah". Tesis. Universitas Riau : Pekanbaru.

- Dinas Perikanan dan Kelautan Provinsi Riau. 2012. "Statistik Perikanan Tangkap Provinsi Riau". Dinas Kelautan dan Perikanan, Pekanbaru.
- Muntamah. 2011. "Sintesis & Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa* sp)". Tesis. Institut Pertanian Bogor : Bogor.
- Sopyan, I., Mel M., Ramesh, S., & Khalid, K. 2007. "*Porous Hydroxyapatite for Artificial Bone Applications*". *Science and Technology of Advanced Materials* (8):116–123.
- Yoshimura, M., & Byrappa, K. 2008. "*Hydrothermal Processing of Materials: Past, Present and Future*". *Handbook of Hydrothermal Technology*.