

SURAT PENCATATAN CIPTAAN

Dalam rangka perlindungan ciptaan di bidang ilmu pengetahuan, seni dan sastra berdasarkan Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta, dengan ini menerangkan:

Nomor dan tanggal permohonan : EC00202156152, 20 Oktober 2021

Pencipta

Nama : **Karya Sinulingga dan Makmur Sirait**
Alamat : Jl. Bunga Terompet No. 83, Medan, Kel. Sempakata, Kec. Medan Selayang, Medan, SUMATERA UTARA, 20132
Kewarganegaraan : Indonesia

Pemegang Hak Cipta

Nama : **LPPM Universitas Negeri Medan**
Alamat : Jl. Willem Iskandar / Pasar V, Medan, Sumatera Utara, Indonesia, Kotak Pos 1589, Kode Pos 20221, Telp. (061) 6613365, Fax. (061) 6614002 / 6613319, Medan, SUMATERA UTARA, 20221
Kewarganegaraan : Indonesia

Jenis Ciptaan : **Buku**
Judul Ciptaan : **HIDROKSIAPATIT DARI BATU KAPUR DAN APLIKASI**

Tanggal dan tempat diumumkan untuk pertama kali di wilayah Indonesia atau di luar wilayah Indonesia : 19 Oktober 2021, di Medan

Jangka waktu perlindungan : Berlaku selama 50 (lima puluh) tahun sejak Ciptaan tersebut pertama kali dilakukan Pengumuman.

Nomor pencatatan : 000281247

adalah benar berdasarkan keterangan yang diberikan oleh Pemohon.

Surat Pencatatan Hak Cipta atau produk Hak terkait ini sesuai dengan Pasal 72 Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.
NIP. 196611181994031001



MONOGRAF

HIDROKSIAPATIT ***DARI BATU KAPUR DAN APLIKASI***

Karya **Sinulingga**
Makmur **Sirait**



MONOGRAF

HIDROKSIAPATIT ***DARI BATU KAPUR DAN APLIKASI***



UJ 28 tahun 2014 tentang Hak Cipta

Pengecualian Hak cipta Pasal 17

Uraikan setiap kasus berikut dalam Pasal 17 dan uraian hak cipta yang tidak mendapat hak eksklusif!

Pembahasan Perbandingan Pasal 20

Kerjakan setiap kasus dibawah dalam Pasal 21, Pasal 24, dan Pasal 25 saat belajar sendiri!

1. pengumuman kutipan singkat Ciptaan dan/atau produk Hak Cipta untuk keperluan penelitian atau yang dianggap penting untuk keperluan pendidikan, ilmiah atau seni;
2. Pengumuman Ciptaan dan/atau produk Hak Cipta hanya untuk keperluan pengajaran, diskusi, pertunjukan atau program yang tidak dilakukan Pengumuman sebagai tujuan komersial;
3. pengumuman untuk kepentingan pendidikan dan pengembangan ilmu pengetahuan yang menggunakan atau ciptaan dan/atau produk Hak Cipta. Tujuan dapat digunakan sebagai: (a) Publikasi, Penelitian, Program atau lembaga Pendidikan.

Bentuk Pelanggaran Pasal 112

1. Setiap Orang yang dengan sengaja hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak eksklusif Pencipta atau pemegang hak tersebut dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf c, dan/atau huruf d untuk Pengumuman Secara Komersial dipidana dengan penjara paling lama 5 (lima) tahun dan/atau denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).
2. Setiap Orang yang dengan sengaja hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak eksklusif Pencipta atau pemegang hak tersebut dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf c, dan/atau huruf d untuk Pengumuman Secara Komersial dipidana dengan penjara paling lama 4 (empat) tahun dan/atau denda paling banyak Rp1.000.000.000,00 (satu miliar rupiah).

Hidroksiapatit dari Batu Kapur dan Aplikasi

Karya Sinulingga
Makmur Sirait



Penerbit Yayasan Kita Menulis

Hidroksiapatit dari Batu Kapur dan Aplikasi

Copyright © Yayasan Kita Menulis, 2021

Penulis:

Karya Sinulingga & Makmur Sirait

Editor: Janner Simarmata

Desain Sampul: Devy Dian Pratama, S.Kom.

Penerbit

Yayasan Kita Menulis

Web: kitamenulis.id

e-mail: press@kitamenulis.id

WA: 0821-6453-7176

IKAPI: 044/SUT/2021

Karya Sinulingga & Makmur Sirait

Hidroksiapatit dari Batu Kapur dan Aplikasi

Yayasan Kita Menulis, 2021

xii; 62 hlm; 16 x 23 cm

ISBN: 978-623-342-247-5 (print)

E-ISBN: 978-623-342-248-2 (online)

Cetakan 1, Oktober 2021

- I. Hidroksiapatit dari Batu Kapur dan Aplikasi
- II. Yayasan Kita Menulis

Katalog Dalam Terbitan

Hak cipta dilindungi undang-undang

Dilarang memperbanyak maupun mengedarkan buku tanpa izin tertulis dari penerbit maupun penulis

Kata Pengantar

Puji syukur penulis ucapkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya sehingga penulis telah dapat menyelesaikan buku monograf dengan judul: **“Hidroksiapatit dari Batu Kapur dan Aplikasi”**.

Buku monograf ini merupakan hasil penelitian penulis pada hibah Penelitian Dasar Unggulan Perguruan Tinggi tahun 2019-2020 dan Penelitian Produk Terapan Tahun 2021. Buku ini sangat penting untuk menambah informasi data penelitian bagi mahasiswa, dosen dan peneliti untuk mendalami penelitian dalam bidang batu kapur dan hidroksiapatit.

Buku ini diharapkan menjadi salah satu rujukan yang berguna bagi mahasiswa dan dosen serta peneliti. Buku ini menjelaskan proses pembuatan hidroksiapatit dari batu kapur dan aplikasinya sebagai bahan graft tulang atau gigi. Hidroksiapatit dikarakterisasi dengan berbagai alat antara lain XRF, XRD, SEM, uji tarik, uji tekan, uji bending dan uji MTT. Hasil-hasil ini memberikan gambaran sifat-sifat dari hidroksiapatit dari batu kapur.

Buku ini masih jauh dari kesempurnaan, baik penyetikan, penataan dan isinya. Oleh karena itu, penulis dengan senang hati menerima saran-saran dan kritik-kritik yang konstruktif untuk perbaikan dan penyempurnaan dalam penyusunan berikutnya.

Mudah-mudahan Buku ini dapat bermanfaat bagi para mahasiswa, dosen dan peneliti .

Medan, September 2021

Dr. Karya Sinulingga, M.Si

Daftar Isi

Kata Pengantar	v
Daftar Isi	vii
Daftar Gambar	ix
Daftar Tabel	xi

Bab 1 Pendahuluan

1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Perumusan Masalah	5
1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian.....	6
1.3.1 Tujuan Penelitian.....	6
1.3.2 Manfaat Penelitian	6

Bab 2 Tinjauan Pustaka

2.1 Batu Kapur	9
2.1.1 Pengertian Batu Kapur.....	9
2.1.2 Struktur Kristal Batu Kapur.....	11
2.1.3 Klasifikasi Batu Kapur.....	12
2.1.4 Sifat-Sifat Fisika Batu Kapur	18
2.2 Hidroksiapatit.....	21
2.2.1 Sifat-sifat Hidroksiapatit.....	22
2.2.2 Jenis Hidroksiapatit.....	23
2.2.3 Metode pembuatan Hidroksiapatit.....	24
2.2.4 Aplikasi Hidroksiapatit	25

Bab 3 Metode Penelitian

3.1 Cara Pembuatan Hidroksiapatit dari Batu Kapur.....	27
3.2 Pembuatan Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol	28
3.3 Pembuatan Uji Sitotoksisitas dari Hidroksiapatit.....	29

Bab 4 Hasil Penelitian dan Pembahasan

4.1 Hasil Pembuatan Hidroksiapatit	31
4.2 Hasil Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction).....	34
4.3 Hasil Karakterisasi SEM-EDS	36

4.4 Hasil Uji Tarik dari Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol.....	37
4.5 Hasil Uji SEM dari Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol.....	39
4.6 Hasil Uji Termal dari Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol.....	41
4.7 Hasil Uji Sitotoksitas	44

Bab 5 Kesimpulan dan Saran

5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	52
Daftar Pustaka	55
Biodata Penulis	61

Daftar Gambar

Gambar 2.1: Struktur kristal CaCO_3	11
Gambar 2.2: Mudstone.....	13
Gambar 2.3: Wackstone.....	14
Gambar 2.4: Boundstone.....	15
Gambar 2.5: Grainstone.....	16
Gambar 2.6: Packstone.....	17
Gambar 2.7: Struktur Hidroksiapatit.....	22
Gambar 4.1: Batu Kapur.....	31
Gambar 4.2: Serbuk Hidroksiapatit.....	32
Gambar 4.3: Hasil FTIR dari serbuk hidroksiapatit batu kapur.....	33
Gambar 4.4: Grafik Pola Difraksi Sinar X pada Hidroksiapatit.....	35
Gambar 4.5: Hasil SEM Hidroksiapatit Batu Kapur perbesaran 2500 X dan 5000 X.....	37
Gambar 4.6: Sampel Uji Tarik.....	38
Gambar 4.7: Hasil Uji Mekanik.....	38
Gambar 4.8: Membran Hidroksiapatit PVA-Kitosan perbesaran 5000 kali. a) campuran HAp 0%; b) campuran HAp 1%; c) campuran HAp 2%; d) campuran HAp 3%; e) campuran HAp 4%.....	40
Gambar 4.9: Grafik termogram TGA membrane Hidroksiapatit-khitosan-PVA.....	41
Gambar 4.10: Termogram DSC dari membran Hidroksiapatit-khitosan-PVA pada proses heating.....	42
Gambar 4.11: Termogram DSC dari membran Hidroksiapatit-khitosan-PVA pada proses cooling.....	42
Gambar 4.12: Kultur Sel BHK-21.....	45
Gambar 4.13: Grafik Hasil Uji Sitotoksitas Dengan Metode MTT.....	47
Gambar 4.14: Foto uji antibakteri dari (a) kontrol, (b) HAp murni, (c) 2.5 % Ag-HAp, (d) 5% Ag-HA.....	48
Gambar 4.15: Histogram aktivitas antibakteri terhadap E. coli dengan adanya HAp murni, 2,5 % Ag-HAp dan 5 % Ag-Hap.....	49

Daftar Tabel

Tabel 2.1: Komposisi kimia batu kapur	12
Tabel 2.2: Spesifikasi Batu Kapur	20
Tabel 4.1: Data gugus fungsi pada hasil FTIR dari hidroksiapatit batu kapur	33
Tabel 4.2: Data struktur kristal dan parameter kisi dari Hidroksiapatit.	35
Tabel 4.3: Hasil uji termal dari membran Hidroksiapatit-PVA	43
Tabel 4.4: Persentase sel hidup (%) hasil Uji MTT Hidroksiapatit	46

Bab 1

Pendahuluan

1.1 Latar Belakang Masalah

Biomaterial merupakan suatu material alami maupun buatan manusia yang digunakan untuk berinteraksi langsung dengan sistem biologis. Pemanfaatan biomaterial ini adalah untuk memperbaiki jaringan yang kurang baik atau mengganti jaringan yang rusak. Biomaterial dapat dibagi berdasarkan jenis materialnya, yaitu berupa logam, polimer, keramik dan komposit (Fadhilah, 2015).

Biomaterial banyak digunakan sebagai material graft tulang dan gigi. Biomaterial yang digunakan untuk tulang dan gigi harus memiliki struktur dan sifat yang mirip dengan tulang dan gigi, sehingga dapat membantu mempercepat proses penyembuhan. Idealnya graft tulang dan gigi harus memiliki kemampuan: 1) *osteoinduktif* dan *osteokonduktif*; 2) stabilitas biomekanik; 3) bebas penyakit; 4) memiliki faktor antigen minimal, 5) bioaktif, *biodegradable*, *bioresorbable* dan *biocompatible* dengan tubuh, dan tidak bersifat toksik (Lane, 1999). Penggunaan biomaterial terbanyak di bidang medis adalah pada implan gigi dan periodontal.

Salah satu aplikasi biomaterial di bidang periodontal adalah membran *Guided Tissue Regeneration* (GTR). GTR adalah salah satu teknik yang dipakai pada pasien periodontitis untuk memperlakukan kerusakan gigi yang memberikan

kesempatan untuk tumbuhnya gigi baru. Teknik ini menggunakan membran sebagai barrier fisik untuk membentuk suatu ruang di sekeliling kerusakan gigi yang memungkinkan regenerasi tulang dan mencegah migrasi sel epitel ke bagian tulang (Erizal, 2013).

Membran GTR terbagi menjadi dua kelompok yaitu membran *resorbable* dan membran *non-resorbable*. Membran resorbable atau dapat terserap umumnya berasal dari kolagen. Bahan ini berasal dari sumber hewani dengan tingkat resorpsi yang relatif cepat dan sifat mekanik yang kurang. Selain membran resorbable, terdapat pula membran non-resorbable yang umumnya berasal dari polimer sintetik. Salah satu contohnya adalah *polytetrafluoroethylen* (PTFE) dan kolagen (Warastuti, 2014). *Polytetrafluoroetilen* (PTFE) dan kolagen merupakan membran GTR yang populer saat ini. Kedua jenis GTR tersebut mempunyai kelemahan antara lain pada pemakaian membran PTFE diperlukan prosedur bedah tambahan untuk mengeluarkan membran setelah pemakaian, dan pada pemakaian membran kolagen terjadi respon pembengkakan secara lokal dan mempunyai sifat degradasi yang relatif cepat. Selain itu harga PTFE dan kolagen relatif mahal, sehingga perlu dilakukan penelitian untuk membuat produk sejenis (membran GTR) yang diharapkan relatif lebih ekonomis, aman dipakai, tidak toksik, tidak antigenik dan hanya sedikit sekali dapat menginduksi atau sama sekali tidak menyebabkan radang pada jaringan tulang (Erizal, 2013).

Beberapa peneliti di berbagai negara telah mengembangkan penelitian mengenai membran GTR untuk mengatasi kekurangan dari sifat membran yang telah diteliti sebelumnya. Pengembangan yang dilakukan yaitu menggabungkan polimer alam (kolagen atau kitosan) dengan polimer sintetik (Warastuti, 2014).

Kitosan [poli(1,4)- β -Dglukopiranosamin] merupakan polimer alam jenis polisakarida, berantai linear merupakan turunan dari kitin, berasal dari ekstraskeloton antropoda. Kitosan memiliki karakteristik bioresorbabel, biokompatibel, non-toksik, non-antigenik, biofungsional dan osteokonduktif. Karakter osteokonduktif yang dimiliki kitosan dapat mempercepat pertumbuhan osteoblas pada komposit Hidroksiapatit-kitosan sehingga dapat mempercepat pembentukan mineral tulang (Istifarah, 2013). Kitosan memiliki kelarutan yang tinggi pada asam lemah dan hidrofilitas yang tinggi didasarkan pada adanya gugus amino dan hidroksil di kerangka kitosan. Sifat kitosan tersebut berdampak pada sifat mekanik yang lemah (Piluharto, 2017).

Untuk mengatasi kekurangan kitosan tersebut, dilakukan modifikasi dengan menambahkan polimer sintetik. Polivinil alkohol (PVA) adalah salah satu polimer yang digunakan sebagai material blending untuk kitosan untuk meningkatkan kestabilan termal dan mekanik. Sifat-sifat PVA seperti mudah larut dalam air, kestabilan mekanik dan fleksibel, mudah dibentuk menjadi film dan tidak beracun, menjadi dasar pilihan penggunaan PVA untuk aplikasi di dunia medis, kosmetik dan pertanian (Piliharto, 2017). Pencampuran kitosan dan polimer sintetik PVA bertujuan untuk mengatasi kekurangan membran kitosan yang kurang fleksibel, kaku dan rapuh jika dalam kondisi basah.

Bioaktif adalah kemampuan untuk membentuk ikatan kimia langsung dengan jaringan di sekitar material, karakteristik ini merupakan hal yang penting dalam biomaterial. Penelitian selalu dilakukan untuk menghasilkan material yang biokatif dengan membuat komposit keramik/polimer, dimana sifat bioaktif dari partikel keramik dapat menempel pada matriks biodegradabel polimer. Komposit tersebut diketahui memiliki bioaktivitas dan bisa memperbaiki sifat mekanik membran jika dibandingkan dengan individual polimer. Salah satu jenis keramik yang sering digunakan adalah hidroksiapatit (Warastuti, 2015).

Hidroksiapatit (HAp) memiliki sifat bioaktif terhadap jaringan tubuh dan dapat berfungsi bersamaan dengan jaringan tubuh. Struktur kimia dari hidroksiapatit memiliki kesamaan dengan mineral jaringan tulang dan gigi sehingga dapat berikatan secara kimiawi dengan tulang dan gigi.

Hidroksiapatit (HAp) merupakan material dengan struktur yang terdiri dari ion kalsium, fosfor, dan hidroksil ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) yang sering diaplikasikan sebagai pengganti mineral jaringan tulang. Berguna dalam pemanfaatan biologis karena kemampuannya untuk memungkinkan terjadinya osteointegrasi yang sempurna, tidak adanya toksisitas lokal dan sistemik, dan tidak ada aktivitas genotoksik pada sistem biologis tubuh (Arboleda, 2016). Sekitar 65% fraksi mineral di dalam tulang manusia tersusun atas hidroksiapatit. Hidroksiapatit telah dipergunakan secara luas untuk memperbaiki, mengisi, menambahkan dan merekonstruksi ulang jaringan tulang dan gigi yang telah rusak dan juga di dalam jaringan lunak (Putri, 2016). Sifat-sifat ion kalsium (Ca^{2+}) pada hidroksiapatit dapat mengubah ion-ion logam berat yang beracun dan memiliki kemampuan yang cukup baik dalam menyerap unsur-unsur kimia organik dalam tubuh serta memiliki sifat biokompatibilitas dan bioaktivitas yang baik juga.

Namun Hidroksiapatit mempunyai kelemahan yaitu bersifat rapuh, tidak bersifat osteoinduktif, sifat mekanik rendah dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah manusia. Penyembuhan tulang pada kasus kerusakan tulang (bone defect) merupakan suatu proses yang kompleks dimana diperlukan adanya proses osteosis yaitu osteokonduksi dan osteoinduksi. Untuk meningkatkan proses osteosis pada penanganan kerusakan tulang diperlukan suatu bahan yang mempunyai sifat osteoinduksi pada hidroksiapatit sintetis. Salah satu bahan yang mempunyai sifat tersebut adalah kitosan (Darwis, 2008). Untuk itu hidroksiapatit cocok dicampurkan dengan kitosan.

Rasid (2017) telah mensintesis biokomposit hidroksiapatit untuk aplikasi material Bone filler. Kitosan digunakan dalam pembuatan hidroksiapatit sebagai pembalut porus, sementara bahan dasar yang digunakan adalah tulang sapi dengan penguat shellac. Hasil yang didapat adalah sifat mekanik dari hidroksiapatit meliputi kuat tekan dan kekerasan mengalami penurunan tiap penambahan khitosan.

Warastuti (2015) mensintesis membran hidroksiapatit untuk aplikasi biomaterial dengan variasi persentase hidroksiapatit. Bahan dasar hidroksiapatit yang digunakan adalah tulang sapi sebagai sumber biologi. Penelitian Warastuti juga menggunakan kitosan sebagai pengikat atau binding agent dan penambahan polimer sintetis polivinil alkohol (PVA). Pencampuran khitosan dengan polimer PVA bertujuan untuk memperbaiki sifat mekanik dari membran khitosan yaitu kaku atau kurang fleksibel dan rapuh pada kondisi basah. Terdapat interaksi antarmolekul spesifik antara PVA dan kitosan dalam campuran, sehingga campuran PVA/khitosan memiliki sifat mekanik yang baik. Hasil uji mekanik yang didapat dari sintesis tulang sapi/kitosan/PVA ini adalah semakin tinggi persentase konsentrasi dari serbuk hidroksiapatit, maka karakteristik kuat tarik dan nilai perpanjangan putus semakin rendah. Nilai kuat tarik dan perpanjangan putus tertinggi didapat pada persentase PVA 3%, Khitosan 2% dan hidroksiapatit tulang sapi 1% yaitu 7.5-8 MPa dan 165-215%. Nilai terendah didapat pada persentase PVA 3%, Khitosan 2% dan hidroksiapatit 5% yaitu 3-5 MPa dan 90-190%. Untuk karakteristik elastisitas modulus Young nilai tertinggi didapat pada konsentrasi Hidroksiapatit 1% yaitu 3-5 MPa.

Dalam sintesis hidroksiapatit dibutuhkan kalsium yang cukup tinggi sebagai sumber biologis. Salah satu bahan yang memiliki sumber kalsium dalam jumlah besar adalah batu kapur. Batu kapur merupakan mineral anorganik

dengan zat penyusun utama berupa kalsium. Kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) pada batu kapur sekitar 95% dan kandungan kalsium karbonat pada batu kapur dapat dimurnikan untuk mendapatkan kalsiumnya. Batu kapur dapat diaplikasikan langsung pada berbagai aplikasi seperti klinis, medis, untuk pengembangan biomaterial dan sangat cocok diaplikasikan pada hidroksiapatit.

Pada penelitian Margareta (2015) telah disintesis hidroksiapatit berbasis batu kapur menggunakan metode hidrotermal dengan variasi pemanasan dan pH. Hasil yang didapat dari karakterisasi XRF adalah batu kapur mengandung kalsium murni sebesar 98,2%. Dari analisis XRD dan XRF didapatkan bahwa nilai tertinggi dalam pembuatan hidroksiapatit adalah pada pH 10. Dan dari analisis XRD didapatkan hidroksiapatit terbaik dengan ukuran kristal yang lebih kecil pada pemanasan 700°C dengan waktu 3 jam.

Dari perbandingan penelitian-penelitian yang telah dilakukan maka pada penelitian ini akan disintesis dan dikarakterisasi membran komposit hidroksiapatit berbahan dasar batu kapur dengan penambahan kitosan polimer PVA. Sintesis hidroksiapatit batu kapur dilakukan dengan metode hidrotermal kemudian serbuk hidroksiapatit dikarakterisasi dengan uji FTIR dan XRD. Pembuatan membran dilakukan dengan penambahan kitosan dan PVA dengan variasi hidroksiapatit. Kemudian membran hidroksiapatit dikarakterisasi dengan uji SEM, XRD dan Uji tarik. Untuk bahan dasar graft tulang atau gigi maka batu kapur diuji dengan uji sitotoksisitas dan uji bending.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana cara pembuatan hidroksiapatit dari batu kapur
2. Bagaimana struktur dan ukuran hidroksiapatit dari batu kapur
3. Bagaimana morfologi dari hidroksiapatit dari batu kapur hasil SEM
4. Bagaimana cara pembuatan nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit dengan metode sol-gel?
5. Bagaimana morfologi nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit?

6. Bagaimana hasil uji tarik nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit?
7. Bagaimana hasil uji sitotoksitas dari hidroksiapatit?

1.3 Tujuan dan Manfaat Penelitian

1.3.1 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk:

1. Membuat hidroksiapatit dari batu kapur dengan metode Ball-Mill
2. Mengetahui struktur dan ukuran hidroksiapatit dari batu kapur
3. Mengetahui morfologi dari hidroksiapatit dari batu kapur hasil SEM
4. Membuat nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit dengan metode sol-gel.
5. Mengetahui morfologi nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit.
6. Mengkarakterisasi hasil uji tarik nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit.
7. Mengetahui hasil uji sitotoksitas dari hidroksiapatit.

1.3.2 Manfaat Penelitian

Sumber daya alam di Sumatera Utara sangat banyak seperti batu kapur, zeolit, bentonit dan lain-lain. Sesuai skema penelitian ini yaitu penelitian dasar unggulan perguruan tinggi dan penelitian terapan, sesuai dengan sumber daya alam daerah ini. Batu kapur banyak dijumpai di daerah Tapanuli Utara dan Simalungun. Batu kapur dapat diaplikasikan pada berbagai aplikasi seperti klinis, medis, untuk pengembangan biomaterial dan cocok diaplikasikan pada hidroksiapatit. Batu kapur yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari Kabupaten Tapanuli Utara. Hidroksiapatit dapat digunakan sebagai pembentukan tulang atau gigi. Pembentukan nanokomposit dari campuran hidroksiapatit batu kapur – kitosan dan PVA dapat digunakan menjadi bahan material yang mempunyai sifat mekanik yang lebih tinggi dan mudah terdegradasi secara biologis (biodegradable). Hasil penelitian ini diharapkan

dapat menjadi bahan untuk graft tulang atau gigi. Selain ini, batu kapur dapat juga digunakan sebagai bahan pencampur semen untuk bangunan, bahan untuk membuat keramik berpori.

Bab 2

Tinjauan Pustaka

2.1 Batu Kapur

2.1.1 Pengertian Batu Kapur

Batu kapur merupakan bahan alam yang banyak terdapat di Indonesia. Batu kapur adalah batuan padat yang mengandung banyak kalsium karbonat. Mineral karbonat yang umum ditemukan berasosiasi dengan batu kapur adalah aragonite (CaCO_3), yang merupakan mineral metastabil karena pada kurun waktu tertentu dapat berubah menjadi kalsit (CaCO_3) (Sucipto, dkk., 2007; Jasruddin, dkk. 2015).

Kalsium karbonat adalah mineral anorganik yang dikenal tersedia dengan harga murah secara komersial. Sifat fisis kalsium karbonat seperti morfologi, fase, ukuran dan distribusi ukuran harus dimodifikasi menurut bidang pengaplikasiannya. Bentuk morfologi dan fase kalsium karbonat (CaCO_3) terkait dengan kondisi sintesis seperti, konsentrasi reaktan, suhu, waktu aging dan zat adiktif alam (Kirboga dan Oner, 2013).

Kalsit (CaCO_3) merupakan fase yang paling stabil dan banyak digunakan dalam industri cat, kertas, magnetic recording, industri tekstil, detergen, plastik, dan kosmetik (Lailiyah, dkk., 2012). Seperti yang diketahui bahwa batu kapur mengandung sebagian besar mineral kalsium karbonat yaitu sekitar 95%.

Kandungan kalsium karbonat ini dapat diubah menjadi kalsium oksida dengan kalsinasi sehingga lebih mudah dimurnikan untuk mendapatkan kalsiumnya. Dengan cara ini, batu kapur dapat dimanfaatkan dalam sektor kesehatan, yakni dalam aplikasi klinis untuk penelitian di bidang medis dan untuk perkembangan dalam pembuatan biomaterial sehingga meningkatkan nilai ekonomis batu kapur itu sendiri (Gusti, 2008).

Batu kapur merupakan bagian dari batuan sedimen, yaitu batuan sedimen non-klastik yang terbentuk dari proses kimia atau proses biologi. Batu kapur disebut juga batugamping atau limestone. Kandungan utama batu kapur adalah mineral kalsium karbonat (CaCO_3) yang terjadi akibat proses kimia dan organik. Secara umum mineral yang terkandung dalam batu kapur adalah kalsium karbonat kalsit sebesar 95%, dolomit sebanyak 3%, dan sisanya adalah mineral clay (Nurul, dkk. 2012).

Batu kapur merupakan mineral karbonat, dapat terjadi dari penguapan langsung air laut atau melalui binatang yang dipisahkan oleh air laut untuk membuat cangkang. Selain itu, batu kapur juga terdiri dari sisa-sisa organik misalnya rumah kerang (Plumer dan Geary, 1991). Batu kapur yang mengandung magnesium, lempung dan pasir merupakan unsur yang mengendap bersama-sama pada saat proses pengendapan sehingga unsur-unsur tersebut disebut sebagai pengotor. Pengotor ini memberikan klasifikasi jenis batu kapur, apabila pengotornya magnesium maka batu kapur tersebut diklasifikasikan sebagai batu kapur dolomite $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$, begitu juga jika pengotornya lempung maka batu kapur tersebut disebut batu kapur lempungan, serta jika pengotornya pasir maka disebut batu kapur pasiran. Persentase unsur-unsur pengotor sangat berpengaruh terhadap karakteristik batu kapur seperti warna, kerapatan, kekerasan, specific gravity dan lain- lain. (Haryadi, 2000).

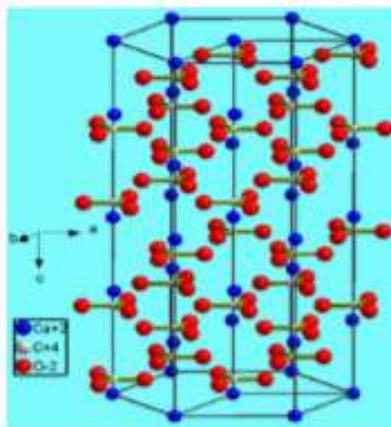
Pada umumnya batu kapur dapat terjadi dengan beberapa cara yaitu secara organik, secara mekanik, dan secara kimia. Sebagian besar batu kapur yang ada di alam terjadi secara organik. Batu kapur jenis ini berasal dari pengendapan cangkang kerang dan siput, foraminifera atau ganggang serta berasal dari kerangka binatang kerang. Batu kapur yang terbentuk secara mekanik bahannya tidak jauh berbeda dengan jenis batu kapur yang terjadi secara organik. Yang membedakan adalah terjadinya perombakan dari bahan batu kapur tersebut yang kemudian terbawa oleh arus dan biasanya diendapkan tidak jauh dari tempat semula. Sedangkan yang terjadi secara kimia adalah

jenis batu kapur yang terjadi karena kondisi iklim dan suasana lingkungan tertentu dalam air laut ataupun air tawar.

Kapur merupakan sebuah batuan yang memiliki warna putih, abu-abu, kuning dan lain-lain serta memiliki tekstur yang halus yang terbentuk dari pelapukan dari kerang laut yang terdapat unsur kapur. Coquina adalah batu kapur yang disebabkan oleh sisa organisme yang terbentuk pada pantai yang berbatasan dengan daratan. Fosil Limestone merupakan batu kapur yang terjadi dari sisa fosil organisme akan menghasilkan batu kapur. *Oolitic Limestone* adalah sebuah batu kapur yang terdiri dari kalsium karbonat dengan tekstur bulatan kecil yang dibentuk oleh presipitasi konsentris kalsium karbonat pada butir pasir. Travertine adalah proses di mana sebuah batu kapur yang terbentuk oleh aliran air dari atas gua yang akan menghasilkan seperti stalaktit, stalagmite dan flowstone. Tufa adalah batu kapur yang dihasilkan oleh proses pengendapan air kalsium sarat dengan aliran air panas, danau atau lokasi lainnya (Hendriyanto. 2018).

2.1.2 Struktur Kristal Batu Kapur

Batu Kapur atau batu gamping yang kandungan utamanya CaCO_3 yang pada dasarnya berwarna putih dan umumnya sering dijumpai pada batu kapur, kalsit, marmer, dan batu gamping. Selain itu kalsium karbonat juga banyak dijumpai pada stalaktit dan stalagmit yang terdapat di sekitar pegunungan.



Gambar 2.1: Struktur kristal CaCO_3
(http://en.wikipedia.org/wiki/Calcium_carbonate)

CaCO_3 apabila ditambahkan air, reaksinya akan berjalan dengan sangat kuat dan cepat jika dalam bentuk serbuk, serbuk kalsium karbonat akan melepaskan kalor. Molekul dari CaCO_3 akan segera mengikat molekul air (H_2O) yang akan membentuk kalsium hidroksida, zat yang lunak seperti pasta (Mailinda, dkk. 2015).

Tabel 2.1: Komposisi kimia batu kapur

No	Kandungan	Persentase
1	Karbonat (CO_3)	97%
2	Kalsium oksida	29,77% - 55,56%
3	Magnesium Oksida (MgO)	21% - 31%
4	Silikat (SiO_2)	0,14% - 2,14%
5	Aluminium oksida dan ferro (Al_2O_3 dan Fe_2O_3)	0,5%

2.1.3 Klasifikasi Batu Kapur

Batu Kapur dapat diklasifikasikan, salah satunya adalah klasifikasi Dunham yang membahas tentang pembagian batu kapur. Klasifikasi Dunham (1962) dilihat secara megaskopis yang mana dia mengamati indikasi adanya pengendapan batu kapur yang ditunjukkan oleh tekstur hasil pengendapan yaitu limemud (nikrit), semakin sedikit nikrit semakin besar energi yang memengaruhi endapannya.

Dunham (1962) mengklasifikasikan batu kapur atas:

2.1.3.1 Mud Stone

Termasuk dalam jenis batuan sedimen non-klasik dengan warna segar putih abu-abu dan warna lapuknya adalah putih kecoklatan. Batuan ini bertekstur non klasik dengan komposisi kimia karbonat dan strukturnya pun tidak berlapis. Salah satu contoh dari batuan karbonat adalah kalsilutit (Grabau) atau mudstone (Dunham), batuan ini memiliki nama yang berbeda, karena dari klasifikasi yang digunakan berbeda dengan interpretasi berbeda, batuan ini dinamakan kalsilutit yang merupakan batuan karbonat dan menurut klasifikasi

Dunham nama dari batuan ini adalah mudstone yang memiliki kesan butiran kurang dari 10 % dan pada batuan ini tidak ditemukan adanya fosil.

Batuan ini memiliki tekstur non-kristalin yang mineral penyusunnya tidak berbentuk kristal. Dilihat dari tekstur batuan ini dapat disimpulkan bahwa batuan ini terbentuk dari adanya pelarutan batuan asal yang merupakan material-material penyuplai terbentuknya batuan ini. Adapun batuan asal dari batuan ini adalah pelarutan batuan karang, di mana pembentukan ini terjadi karena adanya penggerusan gamping yang berasal dari penghancuran terumbu karang oleh gelombang atau dari pengendapan langsung secara kimia air laut yang kelewat jenuh akan CaCO_3 . Proses litifikasi dari batuan ini melibatkan pelarutan mineral-mineral karbonat yang stabil maupun yang tidak stabil dalam pengertian luas diagnosa meliputi perubahan mineralogy, tekstur kemas dan geokimia sedimen dan temperatur serta tekanan yang rendah.



Gambar 2.2: Mudstone

Litifikasi sedimen karbonat dapat terjadi pada sedimen yang tersingkap maupun yang masih berada di dalam laut, proses terbentuknya batuan ini berlangsung perlahan-lahan dan bertingkat-tingkat, yang mana batas antara tingkatan tidak jelas, bahkan dapat saling melingkup, tahapan tersebut adalah penyemenan, pelarutan, pengendapan, perubahan mineralogy butir-butir dan rekristalisasi. Batuan ini biasanya dapat ditemukan disekitar pinggiran pantai, adapun asosiasi dari batuan ini adalah batu pasir karbonat dan packtone. Kegunaan dari batuan ini adalah sebagai reservoir dalam pencairan minyak bumi.

2.1.3.2. Wackstone

Wackstone adalah matriks yang didukung batuan karbonat yang mengandung lebih dari 10% allochems dalam matriks lumpur karbonat. Ini adalah bagian dari klasifikasi Dunham batuan karbonat. Dalam klasifikasi Folk, banyak digunakan deskripsi yang setara misalnya, oolmicrite, di mana allochems yang dimaksud adalah ooids dan peloids. Wackstone merupakan lumpur didukung batugamping yang mengandung butiran karbonat lebih dari 10% (lebih besar dari 20 mikron) "mengambang" dalam matriks lumpur halus-halus kapur. berikut bentuk fisik batuan Wackstone.



Gambar 2.3: Wackstone

2.1.3.3 Boundstone

Merupakan hubungan antar komponen tertutup yang berhubungan dengan rapat (oolite). Karbonat batuan menunjukkan tanda–tanda terikat selama pengendapan (Dunham, 1962). Embry dan Klovan (1972) lebih diperluas klasifikasi boundstone atas dasar kain dari boundstone tersebut. *Boundstone* merupakan batu gamping yang terikat oleh ganggang, karang atau organisme uniseluler lainnya ketika dia terbentuk.



Gambar 2.4: Boundstone

Boundstone jenis batuan yang terikat oleh ganggang, karang atau organisme uniseluler lainnya ketika dia terbentuk. *Boundstone* ditemukan di daerah sekitar terumbu karang dan daerah terumbu karang 2,5-3 juta tahun lalu, tapi mungkin dikelilingi lahan kering. Tergantung pada cara bahan organik telah diatur dalam sedimen ketika batu itu terbentuk dan jenis bahan organik itu.

Boundstone dapat diklasifikasikan sebagai *framestone*, *bindstone*, atau *bafflestone*.

1. Framestone

Organisme dari organik fosil, biasanya dalam karang laut, yang terjadi berdekatan dengan spons ini terikat oleh kerak mikroba dan pasir yang mengeras. Dan ruang antara bertahap diisi dengan pasir, sedimen dan kristal kalsit. Dalam waktu yang lama, air surut dan struktur itu terus menerus terkena udara dan penyemenan alami dari padat sedimen diawetkan sisa-sisa bahan organik sebagai fosil.

2. Bindstone

Hasil organisme yang mengikat sedimen sehingga lepas bersama-sama, ditandai dengan adanya dispersi. Yang mengikat di bindstone pada umumnya adalah ganggang, yang bersama – sama dengan lapisan lumpur dan kalsit dengan besar pori-pori yang disebabkan oleh gelembung gas yang menjadi

terperangkap dalam sedimen selama pembentukan stromatolit, berupa gundukan fosil alga berlapis dan sedimen, yang bentuk paling umum dari bindstone. Bindstone kebanyakan berorientasi secara vertikal. Bindstone merupakan jenis yang paling banyak ditemukan dari boundstone.

3. Bafflestone

Terikat oleh sedimen berinding tebal berupa karang berbentuk parallel sehingga hanya sedimen halus yang melewatinya. Akibatnya komposisi bafflestone, selain karang fosil, sebagian besar pasir alami-semen dan lumpur. Pasir ini terdiri dari kalsit homogen dan lumpur terdiri dari campuran residu tertinggal setelah lumpur karbonat yang disaring. Struktur unik dari bafflestone yaitu terbentuk padat dan di sekitar koloni-vertikal tumbuh karang dan karena itu terbatas pada individu kecil.

2.1.3.4 Grainstone

Merupakan hubungan antar komponen-komponen tanpa lumpur sehingga sering disebut batuan karbonat bebas lumpur yang didukung butir. Klasifikasi Dunham (1962), batuan ini berasal: (1) Grainstone terbentuk pada kondisi energy yang tinggi, butiran-produktif lingkungan di mana lumpur tidak dapat terakumulasi, (2) terdapat pada arus yang putus butir dan melewati lumpur pada lingkungan. Grainstones mempunyai tekstur berpori dan dikenal sebagai karbonat yang terdapat pada sekitar pantai.



Gambar 2.5: Grainstone

2.1.3.5 Packstone

Packstone merupakan lumpur yang banyak mengandung betolit. Butir-butirnya didukung batuan karbonat berlumpur (Dunham, 1962). Lucia (1999) dibagi packstones ke dalam lumpur yang didominasi (ruang pori total dipenuhi lumpur) dan yang didominasi (beberapa ruang pori antar butir bebas dari lumpur) packstones. Divisi ini adalah penting dalam memahami kualitas reservoir karena lumpur plugs ruang partikel pori. Packstones menunjukkan berbagai sifat pengendapan. Lumpur menunjukkan proses energi yang lebih rendah sedangkan kelimpahan butir menunjukkan proses energi yang lebih tinggi.

Menurut Dunham (1962) asal packstones:

1. Packstone berasal dari wackestones dipadatkan
2. Berasal dari proses akibat dari infiltrasi lumpur awal atau akhir dari sebelumnya disimpan lumpur bebas sedimen
3. Terbentuk dalam air yang tenang atau hasil pencampuran dari berbagai lapisan sedimen.
4. Di mana butirnya yang sangat besar, embry dan klovon contohnya karbonat rudstones.



Gambar 2.6: Packstone

2.1.3.6 Kristalin

Batu gamping kristalin merupakan salah satu jenis batuan sedimen, bahkan juga terbentuk dari kerangka calcite yang berasal dari organisme microscopic

di laut yang dangkal. Sehingga sebagian perlapisan batu gamping hampir murni terdiri dari kalsit, dan pada perlapisan yang lain terdapat sejumlah kandungan silt atau clay yang membantu ketahanan dari batu gamping tersebut terhadap cuaca. Sehingga lapisan yang gelap pada bagian atas batuan ini mengandung sejumlah besar fraksi dari silica yang terbentuk dari kerangka mikrofossil, sehingga di mana lapisan pada bagian ini lebih tahan terhadap cuaca (Academia, 2021).

2.1.4 Sifat-Sifat Fisika Batu Kapur

Sifat fisika mineral-mineral karbonat hampir sama satu dengan lainnya, maka tidak mudah untuk mengidentifikasinya. Karakteristik fisika yang menjadi acuan yang dapat diukur dan dibandingkan secara teoritis meliputi: warna, specific gravity, kerapatan, kekerasan, kandungan air, porositas, angka pori, dan derajat kejenuhan yang uraiannya sebagai berikut.

1. Warna

Warna batu kapur dipengaruhi oleh unsur-unsur pengotornya yaitu mulai dari yang berwarna putih susu, abu-abu muda, coklat bahkan hitam. Warna kemerah-merahan biasanya disebabkan oleh adanya unsur mangan dan warna kehitam-hitaman disebabkan oleh adanya unsur organik (Haryadi, 2000).

2. Specific Gravity

Specific gravity suatu bahan didefinisikan sebagai perbandingan antara massa material kering yang volumenya sama dengan volume bahan dalam keadaan jenuh pada suhu tertentu. Untuk mengetahui besar specific gravity bahan dari butiran bahan tersebut digunakan persamaan sebagai berikut:

$$G_s = \frac{m_s}{m_s - (m_1 - m_2)} \dots\dots\dots(2.1)$$

di mana: G_s = specific gravity

m_s = massa solid (gram),

m_1, m_2 = massa butiran yang terendam dengan volume sama (gram)

3. Kerapatan (Bulk Density)

Kerapatan merupakan rasio/perbandingan antara massa material dengan volume material tersebut, dengan persamaan sebagai berikut :

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \dots\dots\dots(2.2)$$

di mana: m_1 = massa mould (gram), V = Volume mould (cm^3), m_2 = massa mould+massa sampel (gram). Kerapatan material ditentukan oleh massa jenis rata-rata dari mineral penyusun dan kemungkinan adanya pori antar butiran, di mana semakin rapat butiran suatu batuan, maka akan semakin tinggi kerapatannya. Jadi kerapatan material dipengaruhi oleh ukuran butir (Veorhoef, 1995).

4. Kadar Air (Moisture Content)

Dalam ilmu fisika kadar air didefinisikan sebagai rasio/perbandingan massa air dalam material dengan massa butirannya, dengan persamaan sebagai berikut :

$$w = m_w m_s \times 100\% \dots\dots\dots(2.3)$$

di mana w = kadar air (%), m_w = massa air (gram), m_s = massa solid (gram). Berdasarkan persamaan ini kadar air merupakan variabel bebas, karena w konstan untuk kondisi butiran batuan dalam keadaan lunak (steady-state). Secara teori kadar air alami untuk sebagian besar batuan biasanya dibawah 60% (Bowles, H., 1995).

5. Angka Pori (Void Ratio)

Angka pori didefinisikan sebagai rasio/perbandingan antara volume void dari suatu material/ bahan dengan volume solid dari bahan, dengan persamaan sebagai berikut:

$$e = \frac{V_v}{V_s} \dots\dots\dots(2.4)$$

di mana: e = angka pori, V_v = volume void (cm^3), V_s = volume solid (cm^3)

6. Derajat Kejenuhan

Derajat kejenuhan merupakan rasio antara volume air dan volume void dalam material dengan persamaan sebagai berikut:

$$Sr = \frac{V_w}{V_v} \times 100 \% \dots\dots\dots(2.5)$$

di mana: S_r = derajat kejenuhan (%), V_w = volume cair (cm^3), V_v = volume void (cm^3).

Apabila material dalam kondisi kering (tidak mengandung air) maka derajat kejenuhan 0% dan apabila pori-pori terisi penuh oleh air maka derajat kejenuhan 100%, oleh karena itu batas-batas nilai S_r yang mungkin adalah $0 \leq S_r \leq 100$ (%) (Madyanti, 1992).

7. Kekerasan

Kekerasan adalah ketahanan atau kekuatan yang dimiliki material untuk tidak hancur atau pecah oleh pengaruh mekanis seperti tumbukan dan benturan, ketahanan material terhadap penghancuran diperiksa dengan pengujian impact dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Impacts} = \frac{m_A - m_B}{m_A} \times 100\% \dots\dots\dots(2.6)$$

di mana : m_A = massa material (gram),

m_B = massa material hancur (gram). (Hendri, 1991).

8. Porositas

Porositas merupakan rasio/perbandingan antara volume void dengan volume bahan seluruhnya, dengan persamaan sebagai berikut :

$$n = V_v / (V_t) \times 100\% \dots\dots\dots(2.7)$$

di mana: n = porositas (%)

V_v = volume void (cm^3)

V_t = volume total (cm Times New Roman).

Dalam perhitungan teknik nilainya sebagai desimal, tetapi dalam geoteknik dinyatakan dalam persen. (Madyanti, 1992).

Tabel 2.2: Spesifikasi Batu Kapur (Hamimu La, 2012)

Sifat Fisik	Nilai Karakterisasi	Spesifikasi	Kegunaan
<i>Specific Gravity</i>	2,07-2,19	2-2,7	Digunakan pada industri cat
Kerapatan	(1,01-1,21) gr/cm^3	(1-3) gr/cm^3	Sebagai lapisan pondasi atas untuk

			jalan
		(0-2) gr/cm ³	Untuk campuran beton
Kadar air	(24,52-32,87) %	< 60 %	Penting untuk mesin pengolahan batu
Kekerasan	(20,27-35,92) %	< 50 %	Sebagai lapisan pemadatan pertama pada jalan raya
Angka pori	0,89-1,04	0-6	Untuk pemadatan lapisan jalan
Porositas		(40-50) %	Untuk pondasi bawah lapisan pengerasan jalan
		>98 %	Untuk bendungan
Derajat kejenuhan	(6,04-9,83)%	(0-10) %	Untuk pengerasan jalan
		(3-9) %	Untuk menstabilkan tanah berpasir

2.2 Hidroksiapatit

Hidroksiapatit merupakan kelompok mineral apatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit termasuk dalam material anorganik yang secara kimia dan fisika kandungan mineralnya sama dengan tulang dan gigi manusia. Bentuk awal dari hidroksiapatit ini adalah kalsium apatit dengan formula $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, tetapi lazimnya ditulis $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ untuk menunjukkan unit sel kristalnya mengandung dua molekul (Syukri, 2008).

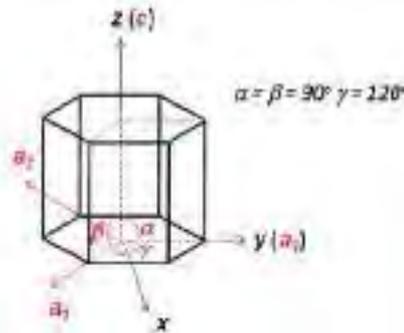
Hidroksiapatit telah dipelajari selama bertahun-tahun dan digunakan secara luas untuk pembuatan implant karena kesamaannya dengan fase mineral tulang dan terbukti bersifat biokompatibel dengan dan gigi manusia (Ivankovic, 2009). Hidroksiapatit mampu menjalani ikatan osteogenesis dan relatif tidak larut in vivo. Banyak penelitian telah menunjukkan hidroksiapatit tidak menunjukkan toksisitas, respon peradangan, respon pirogenetik. Selain itu, pembentukan jaringan fibrosa antara implant dan tulang sangat baik, memiliki kemampuan menjalani ikatan langsung dengan tulang host, serta bioaktif dan osteokonduktif (Hui, 2010). Sifat bioaktif dan osteokonduktif

dapat merangsang sel tulang disekitar material implant untuk berinfiltrasi sehingga dapat mempercepat proses mineralisasi tulang baru (Dewi, 2009).

2.2.1 Sifat-sifat Hidroksiapatit

1. Struktur Kristal

Hidroksiapatit memiliki struktur kristal dengan parameter kisi $a_1 = a_2 = a_3 = 9.423 \text{ \AA}$ dan $c = 6.875 \text{ \AA}$ yang menunjukkan bahwa kristal hidroksiapatit berbentuk heksagonal.



Gambar 2.7: Struktur Hidroksiapatit (Syukri, 2008)

Selain berbentuk heksagonal dapat juga berupa monoklinik. Struktur hidroksiapatit monoklinik diperoleh hanya pada kondisi murni dengan komposisi stoikiometrik, dengan rasio Ca/P adalah 1.67. Struktur heksagonal umumnya diperoleh dari sintesis hidroksiapatit yang tidak stoikiometrik. Semakin rendah nilai rasio molar Ca/P maka semakin bersifat asam dan makin mudah larut senyawa kalsium ortofosfat tersebut.

2. Sifat Mekanik

Sifat mekanik hidroksiapatit yang disintesis bervariasi, hal ini dikarenakan adanya variasi struktur seperti pengaruh porositas, ukuran butir, adanya pengotor, dan proses pembuatan hidroksiapatit yang bervariasi. Rasio perbandingan Ca/P juga berpengaruh terhadap sifat mekanik hidroksiapatit. Semakin besar perbandingan rasio Ca/P maka kekuatannya akan semakin meningkat, namun perbandingan tersebut akan mencapai maksimum pada Ca/P = 1,67. Sifat mekanik hidroksiapatit akan turun apabila perbandingan Ca/P > 1,67 atau Ca/P < 1,67 (Suryadi, 2011). Jika konsentrasi masing-masing

komponen penyusun senyawa hidroksiapatit yang ingin disintesis diketahui kadarnya, maka akan mudah melakukan pendekatan dengan menggunakan rasio ini.

3. Sifat Hidroksiapatit sebagai Bone Graft

Hidroksiapatit memiliki tiga sifat utama yang ideal sebagai bone graft yaitu biokompatibel karena dapat menyesuaikan dengan kecocokan tubuh manusia dan tidak menyebabkan reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh manusia, bioaktif karena dapat menyatu dengan tulang manusia dengan membentuk suatu lapisan apatit biologis sehingga terbentuk ikatan kimia langsung dengan tulang dan osteokonduktif karena dapat menstimulasi pertumbuhan dan pembentukan tulang. Contoh penggunaan hidroksiapatit di bidang kedokteran gigi digunakan sebagai bahan pelapis logam untuk meningkatkan kemampuan mengikat tulang, meningkatkan sifat biokompatibel dan pelapis tulang buatan yang dimasukkan ke dalam tubuh manusia untuk memberikan sifat keras pada jaringan tulang. Ketiga sifat tersebut bergantung pada beberapa faktor seperti derajat kristalinitas, ukuran kristalit, kondisi pada saat diproses (suhu dan tekanan), dan porositas (Suryadi, 2011).

2.2.2 Jenis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit dapat dibedakan berdasarkan ion yang menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit dan berdasarkan ukuran serbuknya. Berikut macam-macam hidroksiapatit:

1. Berdasarkan gugus penyusunnya

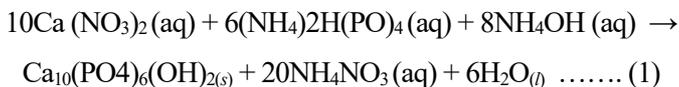
Salah satu ion yang banyak menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit adalah ion karbonat. Terdapat dua mekanisme substitusi gugus karbonat dalam senyawa hidroksiapatit, yaitu pada saat proses pemanasan dengan temperatur rendah ion karbonat menggantikan gugus pospat menghasilkan apatit karbonat tipe B, sedangkan pada saat proses pemanasan dengan temperatur tinggi ion karbonat menggantikan gugus karboksil menghasilkan apatit karbonat tipe A (Qori, 2008).

2. Berdasarkan ukuran serbuk

Hidroksiapatit dapat digunakan dalam bentuk serbuk maupun bentuk blok untuk mengganti cacat tulang atau rongga yang terjadi karena trauma atau kanker tulang (Moore, 2001). Berdasarkan penelitian Rocha (2005), hidroksiapatit yang berasal dari pengolahan serbuk memiliki potensi yang besar sebagai pengganti tulang karena sifatnya yang mudah terserap oleh tulang dan dapat diterima oleh tubuh. Terdapat dua macam hidroksiapatit serbuk yaitu hidroksiapatit ukuran mikro dan nano. Hidroksiapatit dengan ukuran mikro memiliki luas permukaan yang kecil dan memiliki ikatan kristal yang kuat sehingga mudah diserap oleh tubuh, meningkatkan biostabilitas dan kekuatan, sedangkan hidroksiapatit dengan struktur nano memiliki kerapatan, kekuatan dan sifat bioaktif yang lebih baik.

2.2.3 Metode pembuatan Hidroksiapatit

Terdapat beberapa metode pembuatan kristal hidroksiapatit, meliputi metode presipitasi/ metode basah, deposisi biomimetis, metode sol-gel, metode hidrotermal dan metode elektrodeposisi (Ferraz M.P, 2004). Metode basah merupakan metode pembuatan HAp yang umum digunakan karena sederhana dan dapat menghasilkan serbuk HAp yang sebagian besar amorf. Pada metode presipitasi, sintesis dilakukan dengan menggunakan reaksi cairan sesuai pada persamaan (1). Larutan fosfor diteteskan sedikit demi sedikit kedalam cairan kalsium sehingga dihasilkan HAp dengan kemurnian yg tinggi dan ukuran partikel yang sangat kecil. Selain dari metode pembentukannya, sifat dan karakteristik HAp juga bergantung pada sumber unsur-unsur pembentuknya. Senyawa kalsium fosfat berbentuk kristal dan terdapat dalam empat fase, yaitu dikalsium fosfat, okta kalsium fosfat, trikalsium fosfat, dan hidroksiapatit (Nayak, dkk. 2011).



Hasil akhirnya dapat berupa keramik padat, bubuk, pelapisan keramik, atau keramik yang porus. Beberapa tahun terakhir ini partikel hidroksiapatit berskala nano telah berhasil disintesis dan dikembangkan. Nano hidroksiapatit berukuran nano dengan ukuran partikel <100 nm setidaknya dalam satu arah diyakini memiliki aktivitas permukaan yang tinggi dan struktur sangat halus yang serupa dengan mineral yang ditemukan pada jaringan keras tubuh.

Metode sintesis hidroksiapatit akan sangat menentukan morfologi, kristalografi, dan kemurnian fase partikel hidroksiapatit yang dihasilkan, yang pada gilirannya akan menentukan sifat mekanis material ini (Kantharia N, dkk., 2014)

Hidroksiapatit mempunyai kelemahan yaitu bersifat rapuh, tidak bersifat osteoinduktif, sifat mekanik rendah dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien. Penyembuhan tulang pada kasus kerusakan tulang (bone defect) merupakan suatu proses yang kompleks di mana diperlukan adanya proses osteosis yaitu osteokonduksi dan osteoinduksi. Untuk meningkatkan proses osteosis pada penanganan kerusakan tulang diperlukan suatu bahan yang mempunyai sifat osteoinduksi pada HAp sintetik. Salah satu bahan yang mempunyai sifat tersebut adalah khitosan. Selain itu agar tulang sintetik ini tidak mudah rapuh, diperlukan adanya pencampuran dengan senyawa yang bersifat elastis seperti polivinil alkohol. Pembuatan HAp akan dilakukan dengan metode basah (wet method) yaitu dengan mereaksikan larutan kalsium hidroksida, Ca(OH)_2 dengan larutan asam fosfat, H_3PO_4 pada suhu dan pH tertentu (Darwis, 2008).

2.2.4 Aplikasi Hidroksiapatit

Salah satu aplikasi dari hidroksiapatit ini adalah sebagai *bone graft*. *Bone graft* adalah bahan pengganti tulang yang dapat dimanfaatkan untuk rehabilitasi kerusakan tulang setelah melalui proses tertentu. *Bone graft* dapat digunakan untuk memperbaiki tulang yang rusak (fraktur) serta sebagai penyambung untuk mencegah pergeseran tulang. Bahan bone graft sintesis adalah suatu biomaterial yang memiliki sifat bioaktif (mengakibatkan pembentukan sebuah ikatan kimia langsung ke tulang), osteointegration (mengakibatkan adanya ikatan yang kuat antara tulang dengan implan), osteokonduktif (menjadi tempat pertumbuhan tulang baru), biokompatibel (cocok dengan tulang), bioresorbable (permukaannya bisa ditumbuhi jaringan), memiliki pori sehingga ikatan yang lebih baik dengan jaringan dapat diperoleh serta tidak bersifat toksik (Suryadi. 2011).

Tulang merupakan material komposit alamiah terdiri dari komponen organik dan inorganik. Komponen inorganik penyusun tulang (45-65%) adalah suatu bentuk kalsium fosfat yang dikenal sebagai hidroksiapatit. Bahan yang memenuhi persyaratan untuk menjadi bone graft sintesis adalah hidroksiapatit.

Bab 3

Metode Penelitian

3.1 Cara Pembuatan Hidroksiapatit dari Batu Kapur

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen yang di lakukan di Laboratorium Fisika FMIPA Unimed dan sebagian karakterisasi dilakukan di Laboratorium National Taiwan University of Sciencs and Technology.

Penelitian ini dilaksanakan dengan metode Ball-Mill dan metode kopresipitasi. Batu kapur diperoleh dari daerah Pahae, Tapanuli Utara, Propinsi Sumatera Utara. Batu kapur yang diambil dalam bentuk bongkahan dalam ukuran besar. Batu kapur digerus dan diayak dengan ayakan 200 mesh, kemudian dikalsinasi dimasukkan pada planetary ball mill, sehingga diperoleh batu kapur dalam ukuran nanometer. Batu kapur CaCO_3 ukuran 200 mesh di kalsinasi menggunakan furnace dengan suhu 600°C dalam waktu 4 jam agar menjadi serbuk CaO . Serbuk CaO ditimbang menggunakan timbangan dengan massa 11,84 gram. Kemudian dilarutkan dengan aquades sebanyak 200 ml. Kemudian suspensi CaO di stirrer selama 15 menit. Suspensi CaO ditambah larutan H_3PO_4 0,3 M sebanyak 200 ml dengan laju penambahan 5 ml/menit dan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 1 jam dengan kecepatan 300 rpm. Kemudian larutan dipanaskan menggunakan hotplate dengan suhu 90°C . Larutan diatur pH-nya hingga 10 dengan penambahan larutan NH_4OH 1 M

secara periodik. Larutan yang telah dipanaskan hingga pH 10 dibiarkan selama 24 jam (aging) pada suhu ruang. Kemudian larutan disaring dengan kertas saring untuk memperoleh hasil endapan. Endapan dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 120°C selama 5 jam. Serbuk yang telah kering menjadi serbuk hidroksiapatit kemudian dikarakterisasi dengan uji FTIR untuk mengetahui komposisi dan gugus fungsional serbuk. Uji XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dari hidroksiapatit.

3.2 Pembuatan Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol

Pembuatan membran ini dilaksanakan dengan metode sol-gel. PVA ditimbang dengan massa 24 gram kemudian ditambahkan dengan 200 mL aquades. PVA yang telah ditambahkan dengan aquades di stirrer dengan kecepatan 300 rpm selama 2 jam dengan suhu 80° C. Kitosan ditimbang dengan massa 24 gram, kemudian ditambahkan dengan 200 mL asam asetat. Kitosan yang telah ditambah dengan asam asetat di stirrer sampai tidak ada endapan (homogen). Kitosan diperoleh dari CV.Chimultiguna kota Indramayu yang disintesis dari rajungan dengan ukuran partikel 200-300 mesh. Membuat variasi perbandingan antara PVA-kitosan yaitu 70%:30%. Perbandingan PVA-kitosan dibuat sebanyak 3 sampel yang divariasikan dengan serbuk hidroksiapatit sedangkan 1 sampel akan menjadi variable kontrol.

Larutan PVA-kitosan dengan variasi 70%:30% distirrer hingga homogen. Kemudian ditambah dengan variasi komposisi serbuk hidroksiapatit dengan persentase perbandingan 1%, 2%, 3% dan 4%. Larutan Hidroksiapatit dan larutan PVA-kitosan dicampur dengan menggunakan magnetic stirrer selama 3 jam dengan suhu larutan 40° C. Kemudian larutan komposit hidroksiapatit dituangkan pada cetakan kaca lalu dikeringkan pada suhu ruang hingga membentuk membran. Membran yang telah kering dikarakterisasi dengan uji SEM, uji termal dan uji mekanik.

3.3 Pembuatan Uji Sitotoksitas dari Hidroksiapatit

Uji sitotoksitas dilakukan untuk mengetahui bahan atau materi yang dibuat tidak toksik atau beracun. Uji MTT (mikrotetrazolium) adalah salah satu metode yang digunakan dalam uji sitotoksitas. Metode ini merupakan metode kolorimetrik, di mana pereaksi MTT adalah garam tetrazolium yang dapat dipecah menjadi kristal formazan oleh sistem suksinat tetrazolium reduktase yang terdapat dalam jalur respirasi sel pada mitokondria yang aktif pada sel yang masih hidup. Kristal formazan memberi warna ungu yang dapat dibaca absorbansinya dengan menggunakan Elsa reader. Alat untuk mengetahui aktivitas bakterial digunakan kultur sel BHK-21 (Baby Hamster Kidney).

Penetapan jumlah sel yang bertahan hidup pada uji sitotoksitas dapat dilakukan dengan berbagai cara. Ada penetapan yang didasarkan pada parameter kerusakan membrane, gangguan sintesis dan degradasi makromolekuler, modifikasi metabolisme, serta perubahan morfologi sel. Hasil akhir pengujian sitotoksitas dapat memberikan informasi secara langsung tentang terjadinya perubahan pada fungsi sel secara spesifik (Ichsan, 2012). Jumlah persentase sel hidup dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Persentase sel hidup} = \frac{\text{perlakuan+media}}{\text{sel+media}} \times 100 \% \dots\dots\dots(3.1)$$

Di mana:

- Persentase sel hidup: persentase jumlah sel hidup setelah pengujian
- Perlakuan : nilai densitas optik formazan pada setiap sampel setelah pengujian
- Media sel : nilai densitas optik formazan pada kontrol media
- Sel : nilai densitas optik formazan pada kontrol sel

Jika sampel yang diuji memiliki sel hidup $\leq 60\%$ maka sampel bersifat toksik, dan jika sampel yang diuji memiliki sel hidup $> 60\%$ maka sampel bersifat non toksik. Nilai persentase sel hidup yang terhitung dapat dipengaruhi oleh konsentrasi sampel. Konsentrasi tertentu pada satu sampel yang sama dapat bersifat toksik dan dan tidak toksik (Wijayanti, 2010).

Sel osteoblast dikultur dalam labu kultur sel 75 cm² yang mengandung media esensial minimum ditambah dengan 10 % serum janin sapi dan 1% antibiotik-antimikotik dipertahankan pada suhu 30°C dalam inkubator dengan kelembaban atmosfer 5% CO₂. Untuk menilai efek viabilitas sel, suspensi 500 µL sel MC3T3-E1 disimpan ke dalam plat 24 wadah dengan kepadatan 2x10⁴ sel/wadah dan diinkubasi selama 1 hari agar sel dapat melekat. Setelah itu, toksisitas sel MC3T3-E1 diteliti pada HAp dengan berbagai konsentrasi (25µg/mL, 50 µg/mL, 100 µg/mL, 150 µg/mL dan 200 µg/mL) larutan ekstrak ditambahkan ke masing-masing wadah. Wadah tanpa pengenceran ekstrak sampel digunakan sebagai kontrol. Setelah 3 hari inkubasi, media disedot dari semua wadah dan larutan MTT 200 µL tetrazolium bromida biru, tiazolil biru ditambahkan ke masing-masing wadah dan diinkubasi selama 4 jam lagi untuk membentuk formazan. Pada akhir masa inkubasi, larutan MTT dihilangkan dan 300 µL dimetil sulfoksida ditambahkan ke setiap wadah. Larutan dipindahkan ke wadah dan absorbansi diukur pada 570 nm menggunakan pembaca pelat mikro. Persentase viabilitas sel dari masing-masing konsentrasi dihitung dengan mengasumsikan viabilitas sel dari kontrol 100%.

Bab 4

Hasil Penelitian dan Pembahasan

4.1 Hasil Pembuatan Hidroksiapatit

Hidroksiapatit dibuat dari batu kapur. Bongkahan batu kapur (Gambar 4.1) digerus dengan mortal lalu diayak dengan ayakan 200 mesh. Hasil ayakan di milling di planetary ball mill dengan kecepatan 300 rpm selama 2 jam sehingga menghasilkan serbuk hidroksiapaptit (Gambar 4.2).



Gambar 4.1: Batu Kapur

Hidroksiapatit dengan rumus kimia $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$ disintesis dari sumber kalsium yang berasal dari kalsium oksida (CaO). Kalsium oksida dapat diperoleh dari kalsinasi $CaCO_3$ yang terkandung pada bahan alam seperti batu kapur. Serbuk CaO kemudian dilarutkan dengan air untuk mengubahnya menjadi kalsium hidroksida atau $Ca(OH)_2$. Larutan $Ca(OH)_2$ dicampur dengan larutan asam fosfat untuk memperoleh sumber fosfat sebagai ion utama penyusun hidroksiapatit.

Pembuatan serbuk hidroksiapatit pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode presipitasi atau pengendapan basa. Metode basah menggunakan reaksi kimia untuk mengendapkan padatan dari larutannya. Pada metode ini $Ca(OH)_2$ dan prekursor fosfat seperti H_3PO_4 direaksikan pada temperatur rendah dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



(Nayak, dkk., 2010).

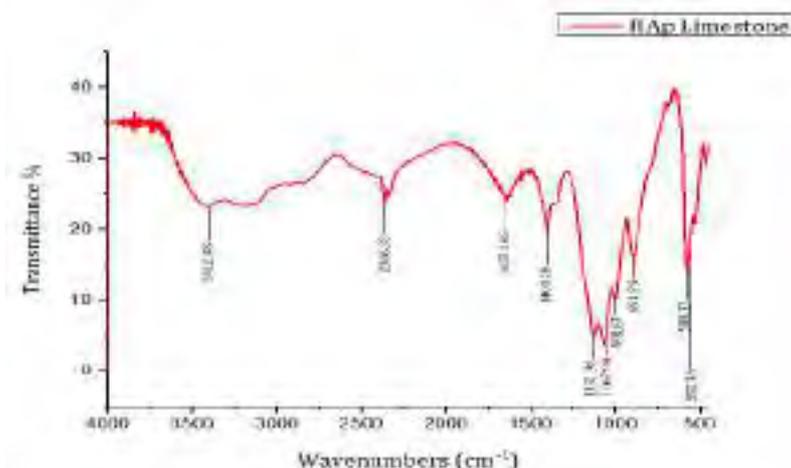
Kemudian endapan yang diperoleh dari metode pengendapan dikeringkan untuk mendapatkan serbuk hidroksiapatit menggunakan oven dengan suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam. Proses pengeringan menggunakan oven bertujuan untuk menghilangkan uap air dan ion OH^- yang berlebih pada endapan.



Gambar 4.2: Serbuk Hidroksiapatit

Analisis spektrum FTIR pada hidroksiapatit dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa hasil sintesis. Gugus fungsi pada hidroksiapatit ditandai dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang

500–4000 cm^{-1} . Spektrum infra merah hidroksiapatit hasil sintesis metode pengendapan basa disajikan pada Gambar 4.3 dan analisis terhadap puncak-puncak serapannya disajikan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.3: Hasil FTIR dari serbuk hidroksiapatit batu kapur

Tabel 4.1: Data gugus fungsi pada hasil FTIR dari hidroksiapatit batu kapur.

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang
Fosfat (PO_4^{3-})	532,76; 580,32; 893,35; 998,67; 1067,98; 1131,96
Kalsium oksida (CaO)	1657,106
Karbonat (CO_3^{2-})	1400,08
Karbon dioksida (CO_2)	2366,33
Hidroksil (OH)	3412,48

Hasil grafik FTIR (Gambar 4.3), menunjukkan bahwa adanya gugus fosfat dan hidroksil pada hidroksiapatit batu kapur, mengindikasikan telah terbentuk fasa hidroksiapatit dengan cukup baik. Gugus fosfat (PO_4^{3-}) memiliki ikatan dengan intensitas paling tinggi yaitu pada bilangan gelombang $532,76 \text{ cm}^{-1}$; $580,32 \text{ cm}^{-1}$; $893,35 \text{ cm}^{-1}$; $998,67 \text{ cm}^{-1}$; $1067,98 \text{ cm}^{-1}$; $1131,96 \text{ cm}^{-1}$. Gugus hidroksil (OH-) ditunjukkan dengan munculnya puncak serapan bilangan gelombang sekitar $3412,48 \text{ cm}^{-1}$. Fasa CaO dalam hidroksiapatit batu kapur ditunjukkan pada bilangan gelombang $1657,106 \text{ cm}^{-1}$. Terbentuknya gugus-gugus tersebut

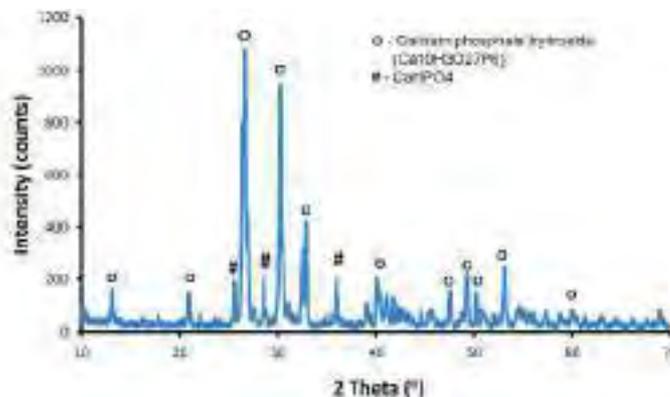
pada hidroksiapatit batu kapur sudah sesuai dengan struktur kimia hidroksiapatit pada Gambar 4.3.

Menurut Pattanayak dkk. (2005) ikatan gugus fosfat (PO_4^{3-}) paling kuat dengan vibrasi stretching terdapat pada bilangan interval gelombang 1000-1150 cm^{-1} . Ikatan gugus OH- terdapat pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} dan 630 cm^{-1} . Gugus fungsi CaO pada hidroksiapatit ditemukan pada vibrasi gelombang 1400 -1700 cm^{-1} . Fasa CaO yang terdapat pada hidroksiapatit dapat mengikat CO_2 di udara. Hal itu menyebabkan pada analisis FTIR terdapat ikatan karbondioksida (CO_2) dengan intensitas cukup tinggi pada hidroksiapatit batu kapur yaitu pada bilangan gelombang antara 2366,33 cm^{-1} .

Gugus fungsi karbonat (CO_3^{2-}) juga muncul pada bilangan gelombang 1400,08 cm^{-1} . Menurut Purwasasmita dkk. (2008), adanya gugus CO_3^{2-} tersebut adalah dari reaksi hidroksiapatit dengan CO_2 yang terdapat pada atmosfer saat sintesis dan perlakuan panas. Gugus CO_3^{2-} juga terdapat pada tulang manusia yang merupakan substansi dari gugus PO_4^{3-} . CO_3^{2-} dikategorikan sebagai pengotor yang telah ada sebelum proses sintesis atau pengotor yang ada pada bahan dasar hidroksiapatit.

4.2 Hasil Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi XRD menggunakan alat XRD type Shimadzu dengan panjang gelombang $\text{K}\alpha$ adalah 1,54 Å dan kecepatan (scan speed) sebesar 2,0000 deg/min. Karakterisasi XRD pada hidroksiapatit ini dilakukan untuk menentukan fasa, struktur kristal, parameter kisi, estimasi ukuran partikel. Hasil pola difraksi sinar-X pada sampel hidroksiapatit ditunjukkan pada gambar di bawah ini:



Gambar 4.4: Grafik Pola Difraksi Sinar X pada Hidroksiapatit

Pada hasil analisa grafik XRD (Gambar 4.4) senyawa yang terbentuk adalah senyawa *Calcium phosphate hydroxide* ($\text{Ca}_{10}\text{H}_3\text{O}_{27}\text{P}_6$) atau hidroksiapatit. Terdapat juga senyawa lain berupa CaHPO_4 dan CaO pada hidroksiapatit batu kapur. Menurut penelitian Prabaningtyas (2015), terdapat senyawa CaO dalam hidroksiapatit batu kapur diduga karena tidak sempurnanya larutan asam fosfat (H_3PO_4) dalam mengubah senyawa CaO menjadi hidroksiapatit. Hidroksiapatit yang mengandung senyawa CaO dapat mengikat CO_2 di udara. Berdasar senyawa yang terbentuk pada hasil XRD terdapat unsur Ca, O, H, dan P sebagai pembentuk senyawa hidroksiapatit batu kapur dan telah sesuai dengan struktur kimia hidroksiapatit.

Tabel 4.2: Data struktur kristal dan parameter kisi dari Hidroksiapatit.

Hasil Analisa	Hidroksiapatit Batu Kapur	Hidroksiapatit Stokimetri (JCPDS 9-432)
Bentuk Kristal	Hexagonal	Hexagonal
Parameter Kisi	a= 9.4232 Å c= 6.8833 Å	a= 9.423 Å c= 6.875 Å

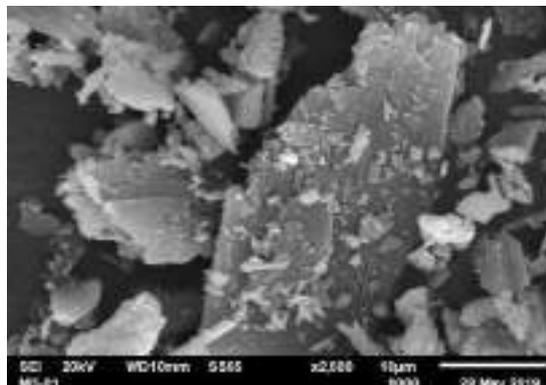
Dari difraktogram XRD hidroksiapatit batu kapur dengan metode pengendapan basa pada penelitian ini, diketahui fasa kristalin hidroksiapatit dicirikan memiliki karakteristik puncak yang kuat di 2θ pada 26° , 28° , 30° , dan

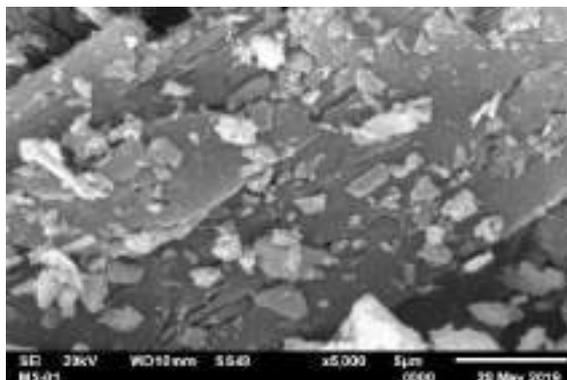
34° dengan struktur kristal adalah struktur hexagonal. Hasil analisa grafik kualitatif yang didapatkan dari karakterisasi XRD hidroksiapatit batu kapur menunjukkan puncak utama yang tidak cukup identik dengan puncak utama yang dimiliki hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 09-432). Hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 09-432) memiliki puncak utama dengan intensitas tinggi pada nilai 2θ yaitu 25.897°; 31.738°; 32.853° dan 34,048°. Sementara, hidroksiapatit batu kapur yang dibuat memiliki puncak utama dengan pada nilai 2θ yaitu 26°, 27°, 30° dan 32°.

Secara kuantitatif didapatkan informasi tentang struktur kristal hidroksiapatit batu kapur yang identik dengan hidroksiapatit berbentuk hexagonal. Hal ini dikarenakan parameter kisi kristal hidroksiapatit batu kapur ($a= 9.4232 \text{ \AA}$; $c = 6.8833 \text{ \AA}$) identik dengan parameter kisi hidroksiapatit stokiometri ($a= 9.423 \text{ \AA}$ $c= 6.875 \text{ \AA}$). Sementara ukuran kristal pada hidroksiapatit batu kapur dihitung menggunakan persamaan Scherrer yaitu 66,05 nm. Dari XRD telah diketahui bahwa terdapat senyawa hidroksiapatit dan hasilnya sudah mendekati dengan JCPDS.

4.3 Hasil Karakterisasi SEM-EDS

SEM-EDS digunakan untuk mengetahui morfologi dari permukaan suatu material dan rasio unsur yang diperoleh dari hidroksiapatit. Gambar 4.5 menunjukkan hasil SEM dengan perbesaran 2500 X dan 5000 X. Dari gambar dapat dilihat bahwa serbuk hidroksiapatit yang terbentuk masih kurang homogen dan masih terjadi aglomerasi/penggumpalan.



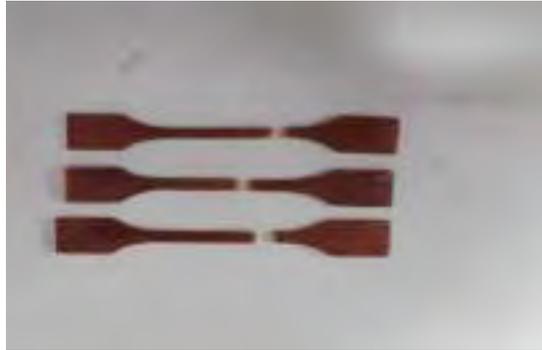


Gambar 4.5: Hasil SEM Hidroksiapatit Batu Kapur perbesaran 2500 X dan 5000 X

Pada Gambar 4.5, hasil karakterisasi SEM dengan menggunakan ImageJ menunjukkan morfologi hidroksiapatit batu kapur dengan ukuran rata-rata 64.43 nm. Dari hasil EDS juga didapat rasio Ca/P hidroksiapatit batu kapur adalah 1,25. Nilai tersebut lebih kecil dari rasio Ca/P stoikiometrik hidroksiapatit yaitu 1,67. Menurut Qalbi dkk. (2018), hal tersebut dapat terjadi karena adanya unsur lain yang terdapat pada hidroksiapatit batu kapur dengan komposisi yang cukup tinggi yaitu C dan O. Tingginya kadar C dan O pada hidroksiapatit batu kapur disebabkan oleh proses pengeringan endapan hidroksiapatit yang kurang maksimal.

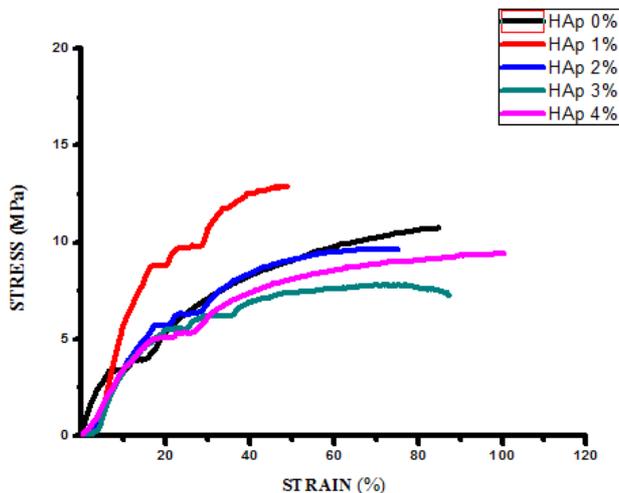
4.4 Hasil Uji Tarik dari Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol.

Hasil ini merupakan hasil penelitian tahun berikutnya yaitu membuat nanokomposit campuran polivinil alkohol dengan hidroksiapatit dari batu kapur. Ukuran kristal dari hidroksiapatit batu kapur yang digunakan adalah 86,27 nm. Metode yang digunakan adalah metode sol-gel. Hasil yang didapat berupa membran kemudian dicetak sesuai uji yang digunakan. Untuk uji tarik digunakan dengan standar ASTM seperti gambar berikut:



Gambar 4.6: Sampel Uji Tarik

Hasil karakterisasi uji sifat mekanik nanokomposit campuran polivinil alkohol dengan hidroksiapatit dari batu kapur dilakukan menggunakan *Universal Testing Machine* (UTM) dengan variasi campuran hidroksiapatit (HAp) : 0%, 1%, 2%, 3% dan 4% seperti pada grafik berikut.



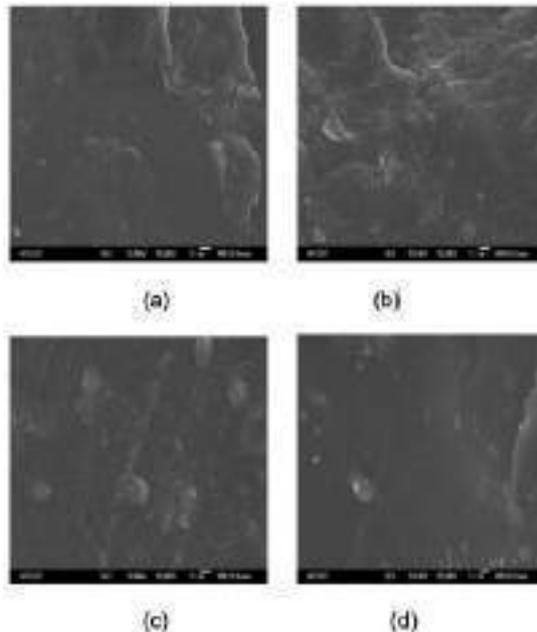
Gambar 4.7: Hasil Uji Mekanik

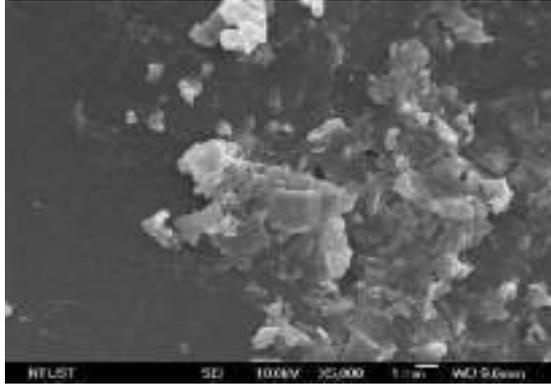
Hasil uji mekanik membran hidroksiapatit batu kapur paling tinggi adalah pada persentase 1% dengan nilai modulus elastisitas 22,28 M.Pa dan kekuatan tarik 13,23 M.Pa. Penambahan HAp 1% pada larutan kitosan-PVA menghasilkan kekuatan tarik dan nilai modulus yang lebih tinggi dibanding yang lain. Dari gambar dapat dilihat hasil tarikan kurang bagus dengan adanya lekukan-

lekukan pada setiap sampel. Ini membuktikan campuran dari hidrosiapatitnya kurang homogen dan proses pengadukan yang tidak merata. Menurut Warastuti, dkk. (2012), konsentrasi hidroksiapatit yang semakin bertambah menyebabkan berkurangnya nilai kekuatan tarik dan perpanjangan putus. Pada proses pencampuran PVA dan kitosan pada membran dengan penambahan hidroksiapatit kurang homogen, sehingga interaksi gugus aktif pada PVA dengan gugus aktif pada kitosan kurang maksimal. Hal ini juga sesuai dengan hasil SEM di mana morfologinya kurang homogen, seperti Gambar 4.8.

4.5 Hasil Uji SEM dari Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol

Hasil SEM membran hidroksiapatit dapat ditunjukkan pada gambar berikut :





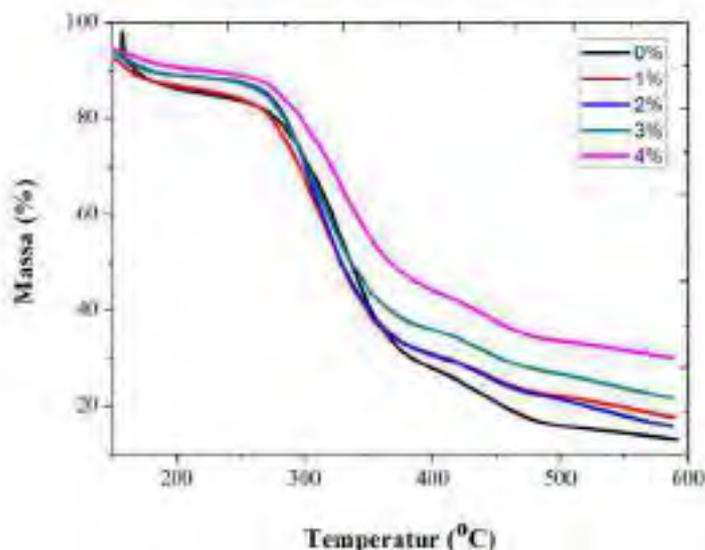
(e)

Gambar 4.8: Membran Hidroksiapatit PVA-Kitosan perbesaran 5000 kali. a) campuran HAp 0%; b) campuran HAp 1%; c) campuran HAp 2%; d) campuran HAp 3%; e) campuran HAp 4%.

Pada Gambar 4.8 memperlihatkan morfologi permukaan membran yang sedikit bergelombang dengan sebaran yang cukup homogen. Selain itu ada titik-titik putih pada membran menandakan kitosan belum tercampur sempurna pada larutan. Permukaan dan campuran yang kurang sempurna ini dapat terjadi karena proses pembuatannya yang kurang teliti, baik pengadukan, suhu yang tidak stabil dan proses pengeringan yang kurang baik. Dari gambar diperoleh bahwa semakin banyak penambahan persentase hidroksiapatit maka semakin terlihat sebaran pori yang tidak homogen. Ukuran pori pada membran hidroksiapatit batu kapur dengan persentase hidroksiapatit 0%, 1%, 2%, 3% dan 4% dihitung menggunakan aplikasi ImageJ berkisar antara 39 μm , 30 μm , 43 μm , 36 μm dan 34 μm .

4.6 Hasil Uji Termal dari Membran Nanokomposit Campuran Hidroksiapatit dan Polivinil Alkohol.

Hasil karakterisasi uji termal membran hidroksiapatit PVA-kitosan-batu kapur dilakukan menggunakan TGA/DSC dengan didapatkan data persentase massa pada campuran hidroksiapatit 0%, 1%, 2%, 3% dan 4%, seperti pada Gambar 4.9.

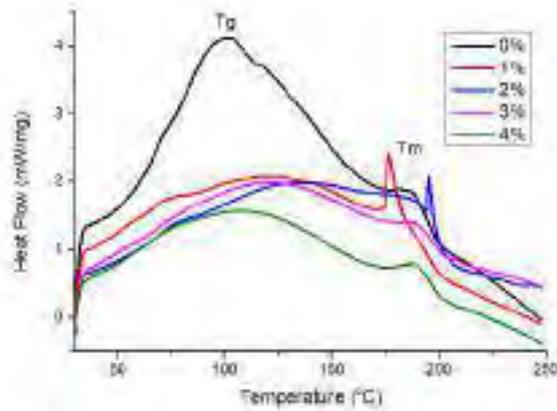


Gambar 4.9: Grafik termogram TGA membrane Hidroksiapatit-khitosan-PVA

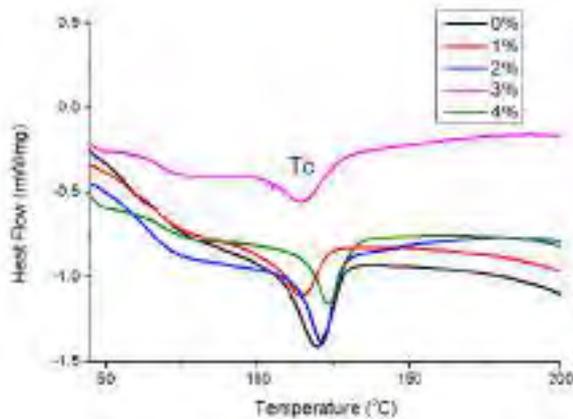
Gambar 4.9 menunjukkan pengaruh campuran HAP terhadap kestabilan termal dari membrane hidroksiapatit-khitosan-PVA. Kestabilan termal dari masing-masing sampel dapat dilihat dari perubahan massa yang terjadi. Berdasarkan hasil karakterisasi termal membran diperoleh nilai T_d pada suhu sekitar (280-300) °C. Membran mengalami kehilangan massa mulai dari suhu (150-160) °C, namun setelah suhu tersebut terjadi ketidakstabilan persentasi kehilangan massa. Grafik termogram TGA juga menunjukkan bahwa persentase HAP

yang dicampurkan pada membran berbanding lurus terhadap persentase massa membran.

Gambar 4.10 merupakan hasil DSC yang menampilkan proses endoterm (penyerapan panas) yang bertujuan untuk mengetahui suhu transisi gelas (T_g) dan suhu leleh (T_m) dari membrane HAp-khitosan-PVA. Sedangkan Gambar 4.11 menampilkan proses eksoterm (pelepasan panas) yang bertujuan untuk mengetahui suhu kristalinitas (T_c) dari membran Hidroksiapatit-khitosan-PVA.



Gambar 4.10: Termogram DSC dari membran Hidroksiapatit-khitosan-PVA pada proses heating



Gambar 4.11: Termogram DSC dari membran Hidroksiapatit-khitosan-PVA pada proses cooling

Dari hasil uji termal dapat diperoleh beberapa informasi tentang data termal yang ditampilkan pada Tabel 4.3 sebagai berikut :

Tabel 4.3: Hasil uji termal dari membran Hidroksiapatit-PVA

Komposisi Hidroksiapatit (%)	Tg (°C)	Tm(°C)	Tc(°C)	Td (°C)
0	100,96	185,67	76,17	300,05
1	124,47	177,00	74,34	285,43
2	130,14	195,51	73,68	288,28
3	122,80	191,34	75,67	288,78
4	111,29	186,33	76,50	298,22

Dari Tabel 4.3 dapat dianalisis bahwa penambahan komposisi Hidroksiapatit pada membrane akan menurunkan nilai suhu transisi gelas (T_g) dan suhu leleh (T_m) pada membrane, hal ini terlihat pada sampel dengan komposisi HAp (2-4)%. Sedangkan nilai suhu kristalinitas (T_c) memiliki suhu paling tinggi pada campuran hidroksiapatit 4 % yaitu 76.50 °C. Pelebaran transisi gelas atau tingginya temperatur transisi gelas pada membrane terjadi karena adanya ikatan komposit sampel yang sangat kuat yaitu keramik yang berupa HAp dengan polimer yang berupa PVA. Pada saat membrane mencapai temperatur kristalinitas terjadilah penguapan bagian cair meninggalkan bagian padat sampel yang mulai menyusun diri membentuk suatu susunan molekul yang teratur (kisi kristal). Sampel yang sudah berupa padatan mendapatkan pemanasan secara terus menerus dengan kenaikan temperatur sehingga menyebabkan vibrasi yang semakin kuat. Peristiwa ini mengakibatkan sampel mengalami dekomposisi sehingga ketahanan sampel terhadap panas rendah dan terbentuklah titik leleh (T_m) (Linda, dkk, 2015). Hasil karakterisasi DSC dan TGA saling berkaitan, hal ini dapat dilihat dari grafik termogramnya di mana pada grafik TGA pada suhu (150-160) °C mulai terjadi kehilangan massa pada membrane, hal ini didukung oleh hasil termogram DSC di mana

nilai T_m berada pada suhu (177-195) °C. Ketidakstabilan tersebut kemungkinan terjadi karena proses pemutusan rantai bercabang pada membrane pada polimer menjadi monomer-monomernya akibat adanya suhu yang tinggi (Michael, 2013).

4.7 Hasil Uji Sitotoksitas

Salah satu parameter penting yang perlu diperhatikan dalam pemilihan material di bidang medis adalah biokompabilitas. Biokompabilitas didefinisikan sebagai kemampuan suatu bahan untuk memberi respon biologis yang baik jika diaplikasikan ke tubuh (Anusavice, 2003). Pengujian sitotoksitas suatu material merupakan tahap awal dalam penentuan biokompabilitas material implant.

Uji MTT adalah salah satu metode yang digunakan dalam uji sitotoksitas dan merupakan uji kuantitatif untuk mengetahui tingkat sitotoksitas secara *in vitro* dan menunjukkan adanya ketidaktoksikan pada sampel hidroksiapatit berpori. Material tidak bersifat toksik pada sel fibroblast (cell lines) apabila persentase viabilitas sel masih di atas 60%. Gambar 4.12 menunjukkan kultur sel BHK-21 untuk proses pengujian sitotoksitas.





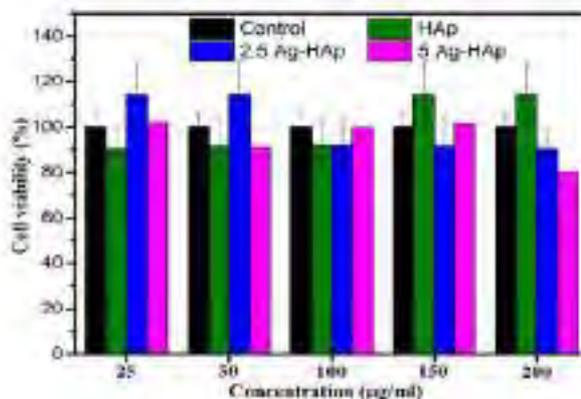
Gambar 4.12: Kultur Sel BHK-21

Hasil pengujian tingkat sitotoksisitas menggunakan MTT pada sampel hidroksiapatit dengan berbagai konsentrasi sebesar 25 $\mu\text{g/ml}$, 50 $\mu\text{g/ml}$, 100 $\mu\text{g/ml}$, 150 $\mu\text{g/ml}$ dan 200 $\mu\text{g/ml}$, dan juga didoping dengan perak (Ag) diperoleh seperti pada Tabel 4.3 di bawah ini. Dari Tabel 4.3 diperoleh bahawa semakin banyak campuran HAp, maka viabilitas sell semakin tinggi artinya dengan bertambahnya HAp ini maka jaringan tersebut semakin tidak toksik. Pada campuran 150 dan 200 $\mu\text{g/ml}$ HAp diperoleh viabilitasnya konstan, ini perlu lagi dikaji untuk pertambahan pencampuran di atas ini, apakah semakin menurun atau tidak. Jika dilihat dari pencampuran 2,5 % Ag-HAp diperoleh viabilitas sel yang semakin menurun, tapi ini berbanding terbalik dengan pencampuran dari HAp namun hasil optimal pada konsentrasi 25 $\mu\text{g/ml}$. Pada campuran 5 % Ag-HAp, semakin tinggi konsentrasi yang dibuat maka viabilitasnya juga semakin berkurang, namun masih di atas standart yang diperbolehkan dengan rata-rata 94,87 %.

Tabel 4.4: Persentase sel hidup (%) hasil Uji MTT Hidroksiapatit

Konsentrasi ($\mu\text{g/ml}$)	Bahan							
	Kontrol		HAp		2,5 % Ag-HAp		5 % Ag-HAp	
	Rata-rata persentase sel hidup (%)	Standar deviasi	Rata-rata persentase sel hidup (%)	Standar deviasi	Rata-rata persentase sel hidup (%)	Standar deviasi	Rata-rata persentase sel hidup (%)	Standar deviasi
25	100,29	6,19	90,14	8,37	114,38	14,47	102,24	7,42
50	100,29	6,19	91,63	11,69	114,38	14,47	90,84	7,59
100	100,29	6,19	91,87	10,92	91,87	10,92	99,78	14,87
150	100,29	6,19	114,38	14,47	91,63	11,69	101,54	3,76
200	100,29	6,19	114,38	14,47	90,14	8,37	79,95	5,44
Rata-rata persentase sel hidup	100,29	6,19	100,48	11,98	100,48	11,98	94,87	7,82

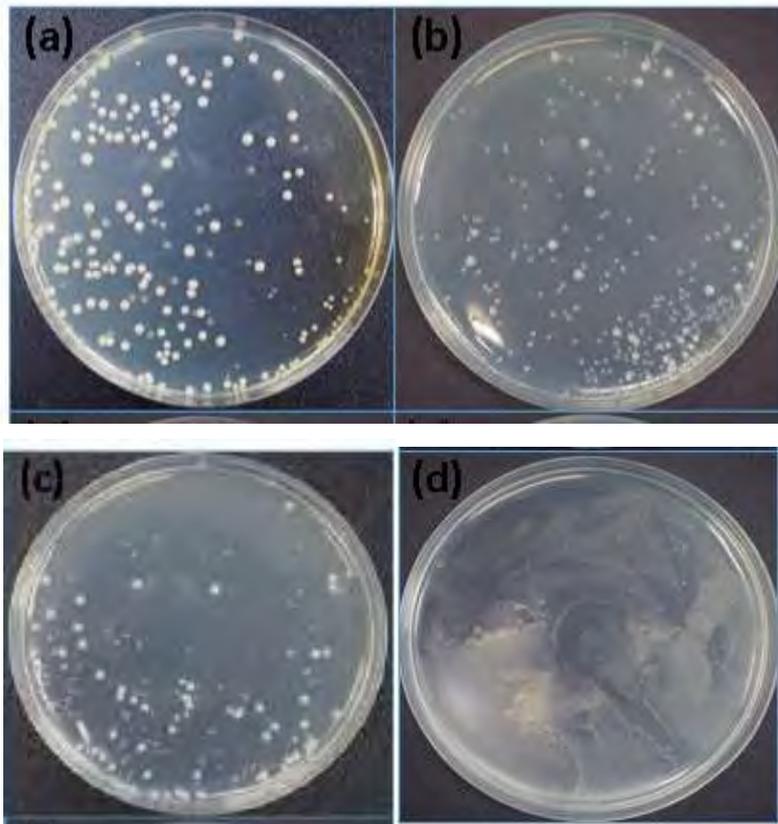
Dari tabel di atas dapat dibuat grafik hubungan antara persentase sel hidup dengan konsentrasi volume hidroksiapatit seperti di bawah ini:



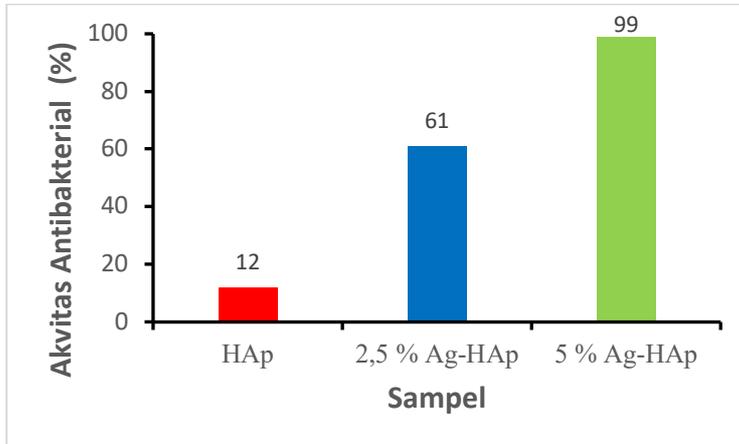
Gambar 4.13: Grafik Hasil Uji Sitotoksitas Dengan Metode MTT

Menurut standar ISO 10993-5 suatu bahan tidak toksik apabila viabilitasnya di atas 60 %. Dari grafik di atas, diperoleh persentase sel hidup yang dihasilkan dari pengujian MTT di atas 70 % dan ini termasuk grade 3 (ISO 10993-5). Grafik hasil uji MTT menunjukkan bahwa HAp bersifat biocompatibel dan tidak toksik sebagai bahan graft tulang karena pertumbuhan sel hidup melewati batas toksik 70%. Tidak bersifat toksik pada sel fibroblast (cell line) karena persentase viabilitas sel masih di atas 60%, yaitu Optical Density (OD) yang menyatakan tinggi rendahnya pertumbuhan sel bakteri pada media yang diberikan (Wijayanti, 2010).

Untuk mengetahui hidroksiapatit dapat digunakan sebagai bahan graft tulang maka harus diuji juga aktivitas antibakteri. Uji aktivitas antibakteri HAp murni dan HAp dicampur dengan Ag 2,5% dan 5% terhadap bakteri E.coli. Gambar 4.14 menunjukkan foto uji bakteri setelah 24 jam dalam ruangan gelap. Laju antibakteri kemudian dihitung, hasilnya dapat dilihat seperti pada Gambar 4.15. HAp murni menunjukkan aktivitas antibakteri rendah dengan persentase (12 ± 9) %. Namun, dalam kasus sampel Ag yang dicampur dengan HAp dengan kandungan Ag yang rendah yaitu 2,5% memiliki aktivitas antibakteri (61 ± 9) %. Sementara campuran 5% Ag dengan HAp diperoleh hasil yang lebih tinggi, yaitu memiliki aktivitas antibakteri (99 ± 1) %. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa campuran Ag memiliki aktivitas antibakteri yang besar. Ini juga menyiratkan bahwa adhesi bakteri ke partikel HAp dapat mempengaruhi pengurangan keseluruhan jumlah bakteri di media.



Gambar 4.14: Foto uji antibakteri dari (a) kontrol, (b) HAp murni, (c) 2.5 % Ag-HAp, (d) 5% Ag-HA



Gambar 4.15: Histogram aktivitas antibakteri terhadap *E. coli* dengan adanya HAp murni, 2,5 % Ag-HAp dan 5 % Ag-HAp

Hasil ini menunjukkan bahwa hidroksiapatit (HAp) memiliki antibakteri yang baik dan lebih baik jika dicampur dengan 2,5% Ag dan 5% Ag. Dengan campuran Ag yang sedikit ini tidak berbahaya bagi tubuh atau bagi makhluk yang menggunakannya. Hal ini juga menyatakan bahwa hidroksiapatit tidak berbahaya digunakan sebagai bahan graft tulang atau gigi.

Bab 5

Kesimpulan dan Saran

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

- a. Telah dapat disintesis hidroksiapatit dari batu kapur yang diperoleh dari Tapanuli Utara dengan metode Ball-Mill
- b. Struktur hidroksiapatit dari batu kapur yang diperoleh adalah berbentuk hexagonal dan ukuran yang diperoleh adalah 66,05 dengan persamaan Scherer.
- c. Morfologi hidroksiapatit dari batu kapur hasil SEM_EDS belum merata dan terjadi aglomerasi. Dengan menggunakan ImageJ diperoleh morfologi hidroksiapatit batu kapur dengan ukuran rata-rata 64.43 nm. Dari hasil EDS juga didapat rasio Ca/P hidroksiapatit batu kapur adalah 1,25
- d. Telah berhasil dibuat nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit dengan metode sol-gel.
- e. Morfologi nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit 4% memiliki campuran lebih homogen. Ukuran pori pada membran

hidroksiapatit batu kapur dengan persentase hidroksiapatit 0%, 1%, 2%, 3% dan 4% dihitung menggunakan aplikasi ImageJ berkisar antara 39 μm , 30 μm , 43 μm , 36 μm dan 34 μm .

- f. Hasil uji termal nanokomposit dari campuran PVA dan Hidroksiapatit (2-4)% menurunkan nilai suhu transisi gelas (T_g) dan suhu leleh (T_m). Sedangkan nilai suhu kristalinitas (T_c) memiliki suhu paling tinggi pada campuran hidroksiapatit 4 % yaitu 76.50 oC.
- g. Hasil uji mekanik nanokomposit dari campuran PVA dan hidroksiapatit batu kapur paling tinggi adalah pada persentase 1% dengan nilai modulus elastisitas 22,28 M.Pa dan kekuatan tarik 13,23 M.Pa.
- h. Hasil uji sitotoksitas dari hidroksiapatit diperoleh viabilitas sel atau persentase sel hidup dengan rata-rata (100,48 \pm 11,98)% dan telah memenuhi standar ISO 10993-5 grade 3. Hasil aktivitas antibakterial diperoleh untuk hidroksiapatit dengan persentase (12 \pm 9)%, campuran 2,5% Ag-HAp diperoleh (61 \pm 9)% dan campuran 5% Ag-HAp diperoleh (99 \pm 1)%. Hidroksiapatit dapat digunakan sebagai bahan graft tulang.

5.2 Saran

Sesuai hasil penelitian yang diperoleh maka disarankan sebagai berikut :

- a. Pembuatan hidroksiapatit dari batu kapur masih ada pengotor sehingga perlu dalam sintesis dilakukan pembersihan yang lebih baik melalui sintering atau pelarut kimia yang lebih sesuai.
- b. Hasil uji mekanik dengan variasi campuran hidroksiapatit dan PVA diperoleh masih belum nampak jelas pengaruh hidroksiapatitnya (hasilnya berfluktuasi), jadi perlu diperhatikan proses pengadukan agar merata (sesuai hasil SEM belum merata) dan pemanasan saat proses membuat membran.
- c. Hasil uji sitotoksitas diperoleh sudah memenuhi standar ISO 10993-5 dengan grade 3 (sedang), ini perlu ditingkatkan dengan

menambahkan zat lain yang tidak toksik pada hidroksiapatit sehingga terdapat pada grade yang lebih tinggi.

Daftar Pustaka

- Academia.edu. <https://www.academia.edu/4645095/> Jenis – Jenis Batu Gamping. Diakses pada tanggal 2 juni 2021.
- Arboleda, A. Franco, M. Caicedo, J. Tirado, L. Goyes, C. (2016), Synthesis and Chemical and Structural Characterization of Hydroxyapatite Obtained From Eggshell and Tricalcium Phosphate, *Ingenieria y Competitividad* 4 (2) : 71-78.
- Bowles, H., 1995. Geoteknis, Erlangga, Jakarta.
- Darwis, D. dan Yessy Warastuti. 2008. Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) Sebagai Graft Tulang Sintetik. Jakarta: Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi — BATAN.
- Dewi, S.U. (2009). Pembuatan Komposit Kalsium Fosfat-Kitosan Dengan Metode Sonikasi. Bogor: Sekolah Pasca Sarjana Institut Pertanian Bogor.
- Dunham, R.J. 1962, Classification of Carbonate Rock According to Depositional Textures, AAPG Memoir No.1
- Erizal, Tjahyono, Dian PP, Darmawan, (2013), Synthesis of Polyvinyl Pyrrolidone (PVC) /K-Carrageenan Hydrogel Prepared by Gamma Radiation Processing As a Function of Dose and PVP Concentration, *Indonesian Journal of Chemistry*, Vol. 13 (1), 41-46
- Fadhilah, R. Kurniawan, R.A. Icha, M.M. (2015), Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Ale-Ale (*Meretrix Spp*) Sebagai Material Graft Tulang, *Majalah Ilmiah Al Ribaath*, Universitas Muhammadiyah Pontianak 12 (1) : 44-60.
- Ferraz, M.P., Monteiro, F.J., Manuel, C.M., 2004. Hydroxyapatite nanoparticles: a review of preparation methodologies, *Journal of Applied Biomaterials and Biochemistry*, 2:74-80.

- Gusti, J. (2008). Pengaruh Penambahan Surfaktan Pada Sintesis Senyawa Kalsium Fosfat Melalui Metode Pengendapan. Padang : Universitas Andalas.
- Hamimu La, Hasria, Jahidin, 2012, Karakterisasi Sifat Fisika Batu Kapur Di Desa Labaha, Kecamatan Watopute Kabupaten Muna, Jurnal Aplikasi Fisika, Vol. 8 (2), 70-76
- Haryadi, 2000. Bahan Galian Industri : Batu Kapur, Jurnal Departemen Pertambangan
- Hendri , 1991. Dasar – Dasar Ilmu Tanah, Gajah Mada University Pres, Yogyakarta Indonesia.
- Hendriyanto, Agus. 2018. Pengaruh Temperatur Sinter Dan Waktu Pemanasan Bahan Batu Kapur Alam Provinsi Lampung Terhadap Sifat Fisik Dan Kekerasan Kualitas Produk Hidroksiapatit (HA). Tesis. Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Hui, P. Meena, S.L. Singh, G. Agarawal, R. D. Prakash, S., (2010), Synthesis of Hydroxyapatite Bio-Ceramic Powder by Hydrothermal Method, Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, 9 (8) : 683-692.
- Ichsan, Z., Miranda. (2012). Sintesis Makroporus Komposit Kolagen-Hidroksiapatit Sebagai Kandidat Graft Tulang . Skripsi. Surabaya: Universitas Airlangga.
- Istifarah. Aminatun. Widiyanti, P. (2013), Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dari Tulang Sotong (Sepia sp.)-Kitosan untuk Kandidat Aplikasi Bone Filler, Jurnal Fisika dan Terapannya 1 (2) : 82-96.
- Ivankovic, H., Ferrer, G.G., Tkalec, E., Orlic, S., Ivankovic, M., (2009), Preparation of Highly Porous Hydroxyapatite Ceramics from Cuttlefish Bone, J Mater Sci: Mater Med 20: 1039-1046.
- Jasruddin, dkk. (2015), Karakterisasi Kalsium Karbonat (Ca(Co₃)) dari Batu Kapur Kelurahan Tellu Limpoe Kecamatan Suppa. Jurnal Sains dan Pendidikan Fisika. Vol. 11, No. 2.
- Kantharia N, Naik S, Apte S, Kheur M, Kheur S, Kale B. Nano-hydroxyapatite and its contemporary applications. (2014). Journal of Dental Research and Scientific Development, 1:15–19.

- Karya Sinulingga, Makmur Sirait, Nurdin Siregar, Hairus Abdullah, (2021), Synthesis and characterizations of natural limestone-derived nano-hydroxyapatite (HAp): a comparison study of different metals doped HAp on antibacterial activity, *RSC Advances*, Vol. 11 (26), 15896-15904
- Kirboga, S., Oner, M. (2013). Effect of the Experimental Parameters on Calcium Carbonate Precipitation. *Chemical Engineering Transactions*, Vol. 32, ISSN: 1974-9791. Italia : AIDIC.
- Lailiyah, Q., Baqiya, M., Darminto. (2012). Pengaruh Temperatur dan Laju Aliran Gas CO₂ pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat dengan Metode Bubbling. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 1, No. 1 ISSN: 2301-928X. Surabaya : ITS.
- Linda A. Dewi., Diah H, Siswanto. 2015. Analisis Termal Suspense Injectable Bone Substitute (IBS) Berbasis Komposit Hidroksiapatit Dan Gelatin. Departemen Fisika. Fakultas Sains Dan Teknologi. UNAIR: Surabaya.
- Madyanti , 1992. Mekanika Tanah, Edisi IV, Jakarta: Erlangga,
- Margareta, M.A.H. Fuad, A. Ilmiawati. S.A. Wonohardjo, S. (2015), Sintesa Hydroxyapatite (Ca₁₀ (PO₄)₆ (OH)₂) Berbasis Batu Kapur, *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)* 5 (1) : 15-20.
- Moore, W. R, S.E. Graves, Bain, G.I. (2001). Synthetic Bone Graft Substitutes, *Anz. J Surg.* 71 (6): 354-361.
- Nayak, A.K., Laha, B. & Sen, K. (2011). Development of Hydroxyapatite-Ciprofloxacin Bone-Implants using Quality by Design. *Acta Pharmaceutica.* 61. 25-36.
- Nurul, F. A., Malik A Baqiya, Darminto, (2012) Pengaruh Penambahan Larutan MgCl₂ pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat Berbahan Dasar Batu Kapur dengan Metode Karbonasi, *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 1, No. 1, hal. 30-34.
- Pattanayak, D.K., Divya, P., Upadhyay, S., Prasad, R.C., Rao, B.T. dan Mohan, T.R.R., 2005, Synthesis and Evaluation of Hydroxyapatite Ceramics, *Trends Biomater. Artif. Organs*, Vol 18 (2)
- Piluharto, B. Sjaifullah, A. Rahmawati, I. (2017), Membran Blend Kitosan/Poli Vinil Alkohol (PVA): Pengaruh Komposisi Material Blend, pH, dan Konsentrasi Bahan Pengikat Silang, *Jurnal Kimia Riset* 2 (2) : 75-88.

- Plumer dan Geary, 1991. *Physical Geology*, Fifth edition Wm.c Brown Publisher, USA.
- Prabaningtyas, S.M. 2015. Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintesis Menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) Dan Fourier Transform Infra Red (FTIR). Universitas Jember. Jawa Timur. pp 8-10.
- Putri, E.D. Prasetya, F. Azkiya, N.I. Rosiana, A. Wardhani, S. (2016), Sintesis Hidroksiapatit Berbahan Dasar Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dengan Metode Basah-Pengendapan, Prosiding Seminar Nasional Kimia, Universitas Brawija: Malang.
- Qori, H. (2008). Sintesa Hidroksiapatit dengan Memanfaatkan Limbah Cangkang Telur: Karakterisasi, Difraksi Sinar X Dan SEM. Bogor: Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam IPB.
- Rasid, J. Triyono, J. Triyono. T. (2017), Karakterisasi Material Biomposit Bovine Hidroksiapatit (BHA)/Shellac dan Kitosan Sebagai Material Bone Filler, ROTASI 19 (2) : 82-87.
- Rocha, J. H. G., Lemos, A. F., Kannan, S., Agathopoulos, S., Ferreira. J. M. F, Valerio, P., dan Oktar. F. N.,(2005), Scaffolds for Bone Restoration from Cuttlefish, Bone, Vol. 37 (6), p : 850-857.
- Sirait, M., Sinulingga, K., Siregar, N., Fitri, D and Samuel T.W. Padang (2021), Thermal and Mechanical Properties a Membrane of the Mixing PVA Nanocomposite and Limestone Hydroxyapatite, *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 1811.
- Sirait, M., Sinulingga, K., Siregar, N., Siregar, RSD., (2020), Synthesis of hydroxyapatite from limestone by using precipitation method, *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 1462
- Sucipto, E. (2007). Hubungan Pemaparan Partikel Debu pada Pengolahan Batu Kapur Terhadap Penurunan Kapasitas Fungsi Paru. Semarang : Universitas Diponegoro.
- Suryadi (2011). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Jakarta: UI.
- Suzuki, Y., Matsuya, S., Udoh, K., Nakagawa, M., Tsukiyama, Y., Koyano, K., dan Ishikawa, K., 2005, Fabrication of Hydroxyapatite Block From

- Gypsum Block Based on $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$ Treatment, *Dental Material Journal*, 24 (4), p : 515-521.
- Warastuti, Y. Basril Abbas, Nani Suryani. (2012), Pembuatan Komposit Polikaprolakton-Kitosan-Hidroksiapatit Iradiasi Untuk Aplikasi Biomaterial, Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi (PATIR), BATAN.
- Warastuti, Y. Budianto, E. Darmawan. (2015), Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Khitosan-Poli(vinil Alkohol) Untuk Aplikasi Biomaterial, *Jurnal Sains Materi Indonesia* 16 (2) : 83-90.
- Wijayanti, Fitria. (2010). Variasi Komposit Cobalt – Chromium Pada Komposit Co-Cr-HAP Sebagai Bahan Implant. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.

Biodata Penulis



Dr. Karya Sinulingga, M.Si, NIP. 196012251987031005, Pangkat Pembina Tkt I, Gol IV b. Lahir di Tanah Karo, 25 Desember 1960, Lulus S1 Jurusan Pendidikan Fisika IKIP Medan Tahun 1984, Lulus S2 Jurusan PSL USU Tahun 2004 dan Lulus S3 bidang Kimia Fisika dari USU Tahun 2014. Dosen Jurusan Fisika Universitas Negeri Medan sejak Tahun 1987 sampai sekarang dan dosen Pascasarjana. Telah menulis di jurnal Nasional maupun Internasional bereputasi dan telah menerima

Hibah Penelitian dari Unimed dan Skim Nasional.



Prof. Dr. Makmur Sirait, M.Si, NIP. 196303061989031009. Pangkat Pembina Utama Madya, Gol IV d. Lahir di Lumbanjulu Tanggal 6 Maret 1963. Riwayat Pendidikan Lulus SD Negeri Lumbanjulu Tahun 1975, Lulus SMP Negeri Lumbanjulu Tahun 1979, Lulus SMA Negeri 2 P. Siantar Tahun 1982, Lulus Sarjana Pendidikan Fisika dari IKIP Medan Tahun 1987, Lulus S2 Ilmu Fisika dari Universitas Gajah Mada Tahun 1994 dan Lulus S3 Ilmu Fisika dari Universitas Sumatera Utara Tahun 2014. Menerima SK Guru Besar (Profesor)

Tanggal 1 Juni 2019 di bidang Fisika Zat Padat. Sebagai Dosen Jurusan Fisika Universitas Negeri Medan sejak Tahun 1989 sampai sekarang dan dosen Pascasarjana Universitas Negeri Medan dan Dosen berprestasi II tingkat Unimed tahun 2017. Telah menerima Satyalancana Karya Satya 30 tahun dari Presiden Joko Widodo Tanggal 16 April 2019. Pernah menjadi Sekretaris Jurusan Fisika selama 2 Periode 2002-2006 dan periode 2006-2010, Ketua Prodi

Fisika Periode 2015-2019, Ketua Prodi S2 Magister Fisika Periode 2021-2025. Selain itu staf ahli di Lembaga Penelitian Unimed sejak 2011 sampai 2012 dan Reviewer Internal Penelitian 2015 sampai sekarang. Telah menulis beberapa artikel baik Nasional maupun Internasional bereputasi dan telah banyak menerima Hibah Penelitian dari DRPM/Nasional dan Unimed.

HIDROKSIAPATIT

DARI BATU KAPUR DAN APLIKASI

Buku ini merupakan hasil Penelitian Dasar Unggulan Perguruan Tinggi Tahun 2019-2020 dari DRPM dan Penelitian Produk Terapan Unimed Tahun 2021. Buku ini menjelaskan proses pembuatan batu kapur menjadi hidroksiapatit. Batu kapur diambil dari Kabupaten Tapanuli Utara. Metode yang digunakan adalah metode ball mill dan presipitasi untuk menghasilkan hidroksiapatit dalam ukuran nanopartikel. Hasil serbuk ini dikarakterisasi dengan FTIR, XRD, SEM-EDS. Hidroksiapatit diperoleh ukuran 66,05 nm dengan struktur hexagonal dan perbandingan Ca/P adalah 1,25. Hasil hidroksiapatit digunakan sebagai campuran pada polivinyl alkohol untuk membuat membrane nanokomposit PVA-kitosan/hidroksiapatit, kemudian dikarakterisasi dengan SEM, uji mekanik dengan UTM, uji termal dengan TGA dan DSC. Hidroksiapatit digunakan sebagai bahan graft tulang melalui uji sitotoksisitas MTT dan uji aktivitas antibakteri. Diperoleh hasil bahwa hidroksiapatit dapat digunakan sebagai graft tulang karena tidak toksik, apalagi dicampur dengan 5% Ag aktivitas antibakteri dan viabilitas selnya semakin baik. Buku ini sangat cocok untuk menambah wawasan dan sebagai referensi dalam melaksanakan penelitian.



YAYASAN KITA MENULIS
press@kitamenulis.id
www.kitamenulis.id

ISBN 978-623-742-947-5



9 786233 422475