



Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) dari Cangkang Landak Laut (*Arbacia tripneustes*) Menggunakan Metode Presipitasi

Nur Indah Wulandari Sumarsono^{1,*}, Kardiman¹, Firda Aulya Syamani², Syafrie Syamsudin Affandi¹, Muhamad Nanda Abdullah¹, Eri Widiyanto¹

¹ Teknik Mesin, Universitas Singaperbangsa Karawang, Karawang, Indonesia

² Research Center for Biomass and Bioproducts, National Research and Innovation Agency (BRIN), KST BJ Habibie, Tangerang Selatan, Banten 15314, Indonesia

Kata kunci

Landak laut
Hidroksiapatit
Metode presipitasi

ABSTRAK

Hidroksiapatit (HAp) merupakan biokeramik yang banyak diaplikasikan dalam rekayasa jaringan keras karena bersifat biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif. Penelitian ini bertujuan menyintesis hidroksiapatit dari cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*) dengan metode presipitasi basah, mengevaluasi pengaruh jumlah penambahan fosfat, serta mengarakterisasi struktur kristal, gugus fungsi, dan rasio molar Ca/P produk. Cangkang dikalsinasi pada suhu 1.000 °C selama 6 jam untuk menghasilkan CaO, kemudian direaksikan dengan diamonium hidrogen fosfat ((NH₄)₂HPO₄) pada dua variasi massa, yaitu VF1 sebesar 3,53 g dan VF2 sebesar 3,90 g. Karakterisasi dilakukan menggunakan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR), dan fluoresensi sinar-X (XRF). Hasil XRD mengonfirmasi terbentuknya fase hidroksiapatit disertai fase sekunder β -TCP pada kedua sampel, dengan ukuran kristal rata-rata masing-masing 40,14 nm dan 36,36 nm. Analisis FTIR menunjukkan keberadaan gugus OH⁻, PO₄³⁻, dan CO₃²⁻ yang khas pada hidroksiapatit. Berdasarkan pengujian XRF, VF1 menghasilkan rasio molar Ca/P sebesar 1,63, yang paling mendekati rasio stoikiometri ideal sebesar 1,67, dibandingkan dengan VF2 yang menghasilkan rasio 1,74.

* Corresponding author:

Nur Indah Wulandari Sumarsono (email: indahwulandarisumarsono@gmail.com)

Diterima: 9 Maret 2026

Disetujui: 22 April 2026

Dipublikasikan: 12 September 2026

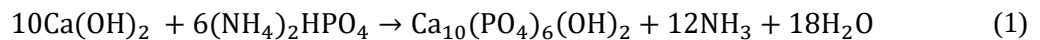
1 Pendahuluan

Biomaterial merupakan material alami atau sintetis, baik berupa bahan murni maupun campuran, yang dirancang untuk berinteraksi langsung dengan sistem biologis tubuh manusia. Material ini telah menjadi salah satu pilar utama dalam rekayasa jaringan modern [1]. Salah satu biomaterial yang paling banyak diteliti dan diaplikasikan adalah hidroksiapatit (HAp). Hidroksiapatit tergolong biokeramik dengan struktur kristal heksagonal yang menyerupai jaringan tulang dan gigi serta digunakan secara luas dalam regenerasi jaringan keras. Sifat biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif menjadikan hidroksiapatit unggul untuk digunakan dalam rekayasa jaringan [2]. Secara kimia, hidroksiapatit memiliki rumus Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ dan menyusun sekitar 65% komposisi mineral tulang manusia, dengan morfologi kristal berbentuk jarum atau pilar pada skala nano [3], [4]. Salah satu parameter penting dalam sintesis hidroksiapatit adalah rasio molar kalsium terhadap fosfor (Ca/P). Rasio molar Ca/P ideal untuk hidroksiapatit adalah 1,67. Penyimpangan dari rasio ini dapat menyebabkan terbentuknya fase nonapatit, seperti β -trikalsium fosfat (β -TCP) jika Ca/P < 1,67 atau kalsium oksida (CaO) bebas jika Ca/P > 1,67, yang keduanya menurunkan stabilitas fase dan bioaktivitas [3].

Di sisi lain, penggunaan sumber kalsium konvensional dari bahan kimia murni (*analytical grade*), seperti kalsium nitrat atau kalsium hidroksida, dinilai kurang berkelanjutan dan berpotensi menghasilkan limbah kimia berbahaya. Kondisi tersebut mendorong eksplorasi sumber biogenik alami sebagai alternatif yang lebih ramah lingkungan, misalnya kulit telur [5], [6], cangkang kerang [7]–[9], dan biomaterial laut lainnya.

Cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*) merupakan salah satu sumber biogenik yang menjanjikan karena mengandung kalsium karbonat (CaCO_3) serta unsur minor, seperti Na , Mg^{2+} , Zn^{2+} , F , K^+ , Si^{2+} , dan Ba^{2+} [10]. Menurut Cahyono *et al.* [11], kadar kalsium dalam limbah cangkang landak laut mencapai $25,53 \pm 2,50\%$ sehingga berpotensi diolah menjadi kalsium oksida (CaO) melalui proses kalsinasi. Kalsium oksida yang diperoleh kemudian dapat direaksikan dengan sumber fosfat, seperti diamonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$), untuk menghasilkan hidroksiapatit [12]. Namun, keberadaan unsur-unsur minor tersebut dapat memengaruhi stoikiometri Ca/P selama proses sintesis dan berpotensi mendorong pembentukan fase pengotor jika tidak dikendalikan secara tepat. Oleh karena itu, pengendalian jumlah penambahan fosfat menjadi variabel kritis karena kelebihan atau kekurangan fosfat secara langsung menentukan apakah produk akhir berupa hidroksiapatit murni, campuran hidroksiapatit/ β -TCP, atau fase kalsium fosfat lainnya.

Secara stoikiometri, reaksi pembentukan hidroksiapatit melalui metode presipitasi basah dapat dituliskan sebagai berikut.



Berdasarkan reaksi tersebut, rasio molar Ca/P teoretis yang diperlukan untuk menghasilkan hidroksiapatit murni adalah 10:6 atau 1,67. Dalam penelitian ini, massa CaO ditetapkan konstan sebesar 3,3 g, sedangkan jumlah penambahan fosfat divariasikan untuk menghasilkan dua kondisi rasio Ca/P awal yang berbeda secara teoretis. Kode VF1 menggunakan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebanyak 3,53 g sehingga menghasilkan rasio molar Ca/P awal sebesar 1,665, yang sangat mendekati rasio stoikiometri 1,67. Kondisi ini secara teoretis diharapkan menghasilkan fase HAp yang dominan dengan pengotor minimal. Sebaliknya, kode VF2 menggunakan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebanyak 3,90 g sehingga menghasilkan rasio molar Ca/P awal sebesar 1,508, yang berada di bawah rasio stoikiometri akibat proporsi fosfat yang lebih besar. Kondisi ini secara teoretis berpotensi mendorong terbentuknya fase β -TCP sebagai produk sampingan. Dengan demikian, kedua variasi tersebut menguji dua kondisi stoikiometri teoretis yang berbeda untuk mengidentifikasi jumlah penambahan fosfat yang menghasilkan fase hidroksiapatit dengan stoikiometri paling mendekati nilai teoretis pada sintesis berbasis cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*).

Beberapa penelitian telah mengeksplorasi sintesis hidroksiapatit dari sumber biogenik laut dengan berbagai pendekatan. Jamilludin *et al.* [13] memanfaatkan cangkang landak laut (*Diadema setosum*) sebagai sumber kalsium dalam sintesis hidroksiapatit untuk aplikasi *scaffold* tulang menggunakan metode hidrotermal. Sintesis dilakukan melalui reaksi antara $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dan NaHCO_3 yang dikombinasikan dengan polivinil alkohol (PVA) sebagai matriks. Hasil karakterisasi menunjukkan rasio molar Ca/P sebesar 1,705, yang mendekati rasio apatit tulang alami sebesar 1,71. Hasil ini mengindikasikan bahwa cangkang landak laut berpotensi menjadi bahan dasar produksi hidroksiapatit dengan karakteristik menyerupai tulang manusia. Suci dan Ngapa [14] menyintesis hidroksiapatit dari cangkang kerang ale-ale (*Meretrix meretrix*) melalui metode presipitasi *double stirring* menggunakan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ serta menghasilkan fase tunggal hidroksiapatit dengan kristalinitas 90,12%. Gintu [15] menyintesis hidroksiapatit dari cangkang kerang mutiara air tawar (*Anodonta woodiana*) menggunakan metode pengendapan basa dengan KH_2PO_4 sebagai sumber fosfat serta menghasilkan rasio Ca/P sebesar 1,46 dengan rendemen 50,25%. Keseluruhan penelitian tersebut menggunakan rasio penambahan fosfat yang tetap dan tidak menjadikannya sebagai variabel bebas. Oleh karena itu, pengaruh perbedaan jumlah penambahan fosfat terhadap pembentukan struktur kristal, gugus fungsi, dan rasio molar Ca/P hidroksiapatit dari sumber biogenik laut melalui metode presipitasi basah belum dievaluasi secara eksperimental.

Berdasarkan kesenjangan kajian tersebut, penelitian ini dilakukan untuk menyintesis hidroksiapatit dari cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*) melalui metode presipitasi basah sekaligus mengevaluasi pengaruh perbedaan jumlah penambahan fosfat terhadap struktur kristal, gugus fungsi, dan rasio molar Ca/P produk. Kontribusi utama penelitian ini adalah memberikan gambaran mengenai jumlah penambahan fosfat yang menghasilkan fase hidroksiapatit dengan stoikiometri paling mendekati nilai teoretis di antara dua variasi yang diuji.

2 Metode Penelitian

a. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan selama enam bulan, dari Juli hingga Desember 2025. Seluruh rangkaian penelitian dilaksanakan di Laboratorium Mekanikal Material dan Struktur, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), yang berlokasi di Kawasan Sains dan Teknologi (KST) BJ Habibie, Jl. Raya Serpong, Muncul, Kota Tangerang Selatan, Jawa Barat.

b. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi mesin penghancur palu, penggiling kering, oven pengering Memmert UN55, mesin pengayak Retsch, ayakan 100 *mesh*, timbangan digital, mortar dan alu, cawan porselen, tanur (Muffle Furnace Thermo Thermolyne dan Furnace Carbolite), gelas beker, labu Erlenmeyer, buret, pelat pemanas, pengaduk magnetik, corong kaca, kertas saring, spatula, aluminium foil, termometer digital, kertas pH universal Merck, perangkat difraksi sinar-X (XRD), perangkat spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) tipe Spectrum Two PerkinElmer, dan perangkat fluoresensi sinar-X (XRF) tipe S2 PUMA Bruker.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*) sebagai sumber kalsium (CaO) dalam sintesis hidroksiapatit, diamonium hidrogen fosfat ((NH₄)₂HPO₄) Merck dengan kode 1.01126.0500, amonium hidroksida (NH₄OH), aseton, dan akuades.

c. Variabel Penelitian

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jumlah penambahan (NH₄)₂HPO₄ sebagai sumber fosfat. Variabel tersebut dibagi menjadi dua taraf, yaitu VF1 sebesar 3,53 g dan VF2 sebesar 3,90 g, untuk mengetahui pengaruhnya terhadap pembentukan fase kristal, derajat kristalinitas, dan rasio molar Ca/P hidroksiapatit yang dihasilkan. Setiap variasi perlakuan dilakukan dalam satu kali sintesis.

Variabel kontrol dalam penelitian ini meliputi suhu kalsinasi cangkang landak laut sebesar 1.000 °C, pH larutan selama proses presipitasi pada rentang 10–11, suhu sintesis sebesar 60 °C, laju penambahan larutan fosfat sebesar 2 mL/menit melalui metode titrasi, waktu pemeraman selama 24 jam, dan suhu *sintering* produk akhir sebesar 800 °C.

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah karakteristik hasil sintesis dan rasio molar Ca/P. Karakteristik yang diamati mencakup struktur kristal dan derajat kristalinitas yang dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (XRD), gugus fungsi senyawa yang diidentifikasi melalui spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR), serta komposisi unsur dan rasio molar Ca/P yang diverifikasi menggunakan fluoresensi sinar-X (XRF).

d. Prosedur Penelitian

• Preparasi dan Kalsinasi Cangkang Landak Laut

Cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*) yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari wilayah Wakatobi, Sulawesi Tenggara. Cangkang dibersihkan menggunakan air mengalir untuk menghilangkan kotoran yang menempel, lalu direndam dalam larutan aseton selama 12–24 jam untuk menghilangkan sisa bahan organik. Setelah perendaman, cangkang dicuci kembali dengan akuades, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam. Cangkang kering dihancurkan menggunakan mesin penghancur palu, kemudian diayak dengan ayakan 100 *mesh* menggunakan mesin pengayak. Serbuk cangkang landak laut selanjutnya dikalsinasi dalam tanur pada suhu 1.000 °C selama 6 jam.

• Sintesis Hidroksiapatit (HAp)

Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan metode presipitasi basah menggunakan CaO hasil kalsinasi cangkang landak laut dan diamonium hidrogen fosfat ((NH₄)₂HPO₄) sebagai sumber fosfat. Larutan (NH₄)₂HPO₄ ditambahkan secara bertahap ke dalam larutan CaO melalui metode titrasi dengan laju alir 2 mL/menit. Campuran kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik pada suhu 60 °C dan kecepatan putar 350 rpm selama 1 jam. Selama proses titrasi, pH larutan dipertahankan pada rentang 10–11 dengan menambahkan larutan amonium hidroksida (NH₄OH). Setelah proses pengadukan, sampel diperam selama 24 jam pada suhu ruang, kemudian difiltrasi selama 18 jam untuk memisahkan larutan dan endapan. Endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 6 jam. Sampel kering selanjutnya mengalami proses *sintering* dalam tanur pada suhu 800 °C selama 6 jam, kemudian dihaluskan menggunakan mortar.

e. Karakterisasi

• Difraksi Sinar-X (XRD)

Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui derajat kristalinitas dan fase mineral yang terbentuk dalam hidroksiapatit. Hasil pengujian berupa pola difraksi yang menunjukkan hubungan antara

intensitas dan sudut 2θ . Pengujian XRD dilakukan pada tegangan operasi 40 kV, rentang sudut 2θ sebesar 10° – 90° , kecepatan pindai $5^\circ/\text{menit}$, dan lebar langkah $0,10^\circ/\text{detik}$. Data XRD kemudian diolah menggunakan perangkat lunak Origin dan dibandingkan dengan basis data standar Joint Committee on Powder Diffraction Data (JCPDS) untuk memastikan kesesuaian fase hidroksiapatit serta mengidentifikasi kemungkinan terbentuknya fase lain, seperti β -TCP.

- **Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR)**

Pengujian FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam hidroksiapatit. Spektrum FTIR diperoleh pada rentang bilangan gelombang 500 – 4.000 cm^{-1} . Hasil pengujian memberikan informasi mengenai gugus fosfat (PO_4^{3-}), hidroksil (OH^-), dan kemungkinan keberadaan gugus karbonat (CO_3^{2-}) akibat kontaminasi udara selama preparasi. Data spektrum FTIR diolah menggunakan perangkat lunak Origin untuk memperoleh grafik dan mengidentifikasi puncak-puncak karakteristik berdasarkan literatur.

- **Fluoresensi Sinar-X (XRF)**

Pengujian XRF dilakukan dalam atmosfer helium untuk mengetahui komposisi unsur kimia dalam hidroksiapatit. Data XRF berupa persentase komposisi unsur, terutama Ca dan P, serta unsur pengotor lainnya. Hasil tersebut digunakan untuk menghitung rasio molar Ca/P hidroksiapatit menggunakan persamaan (3). Rasio Ca/P yang diperoleh dari pengujian XRF merepresentasikan rasio unsur total dalam keseluruhan sampel.

Persamaan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Persamaan Scherrer:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2)$$

Keterangan:

D = ukuran kristal

K = konstanta Scherrer (0,98)

λ = panjang gelombang sinar-X Cu $K\alpha$ (0,15406 nm)

β = lebar penuh pada setengah maksimum (FWHM) puncak difraksi (radian)

2. Persamaan rasio molar Ca/P:

$$\frac{\text{mol Ca}}{\text{mol P}} = \frac{\frac{\text{massa Ca}}{\text{Mr Ca}}}{\frac{\text{massa P}}{\text{Mr P}}} = \frac{\text{massa Ca}}{\text{massa P}} \times \frac{\text{Mr P}}{\text{Mr Ca}} \quad (3)$$

3 Hasil dan Pembahasan

a. Kalsinasi Cangkang Landak Laut

Kalsinasi cangkang landak laut dilakukan pada suhu 1.000°C selama 6 jam. Dalam proses ini, kalsium karbonat (CaCO_3) yang terkandung dalam cangkang landak laut terurai menjadi kalsium oksida (CaO) dan gas karbon dioksida (CO_2). Reaksi dekomposisi yang terjadi selama proses kalsinasi adalah sebagai berikut.



Hasil kalsinasi cangkang landak laut ditunjukkan pada Gambar 2. Kalsinasi pada suhu 1.000°C selama 6 jam menghasilkan serbuk berwarna putih. Perubahan warna dari abu-abu menjadi putih secara visual mengindikasikan berlangsungnya proses dekomposisi termal. Suwannasingha *et al.* [16] melaporkan bahwa peningkatan suhu kalsinasi menghasilkan serbuk yang semakin putih seiring dengan dekomposisi termal bahan organik dan transformasi fase material.

Gambar 1. Serbuk Cangkang Landak Laut sebelum Kalsinasi (CaCO_3)Gambar 2. Serbuk Cangkang Landak Laut setelah Kalsinasi $1.000\text{ }^\circ\text{C}$ (CaO)

b. Sintesis Hidroksiapatit (HAp)

Proses sintesis hidroksiapatit diawali dengan pembuatan dua larutan prekursor, yaitu larutan kalsium (CaO) dan larutan fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$). Serbuk CaO sebanyak 3,3 g dilarutkan secara perlahan dalam 50 mL akuades sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik pada kecepatan putar 350 rpm dan suhu $37\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam. pH larutan dipertahankan pada rentang 12–12,5. Larutan fosfat disiapkan dengan melarutkan diamonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) yang massanya ditentukan berdasarkan variasi fosfat pada Tabel 1 dalam 50 mL akuades. Larutan tersebut kemudian diaduk pada kecepatan putar 350 rpm dan suhu $37\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam, dengan pH dipertahankan pada rentang 8–9.

Pemilihan massa fosfat pada setiap variasi didasarkan pada perhitungan rasio molar Ca/P awal dengan massa CaO sebesar 3,3 g (0,04454 mol Ca) yang ditetapkan konstan untuk kedua variasi. Massa fosfat dirancang untuk menghasilkan dua rasio Ca/P teoretis yang berbeda, sebagaimana ditampilkan pada Tabel 1. Kode VF1 menggunakan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebanyak 3,53 g (0,02675 mol P) sehingga menghasilkan rasio molar Ca/P awal sebesar 1,665, yang sangat mendekati rasio stoikiometri hidroksiapatit sebesar 1,67. Sementara itu, kode VF2 menggunakan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebanyak 3,90 g (0,02953 mol P) sehingga menghasilkan rasio molar Ca/P awal sebesar 1,508, yang berada di bawah rasio stoikiometri akibat proporsi fosfat yang lebih besar. Dengan demikian, VF1 dirancang sebagai kondisi yang mendekati stoikiometri, sedangkan VF2 dirancang sebagai kondisi dengan kelebihan fosfat relatif untuk mengevaluasi pengaruh perbedaan rasio Ca/P awal terhadap struktur kristal, gugus fungsi, dan rasio Ca/P produk akhir.

Tabel 1. Variasi Massa Fosfat

No.	Kode	Variasi massa fosfat (g)	Jumlah mol $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (mol)	CaO (g)	Jumlah mol Ca (mol)	Akuades (mL)
1	VF1	3,53	0,02675	3,3	0,04454	50
2	VF2	3,90	0,02953	3,3	0,04454	50

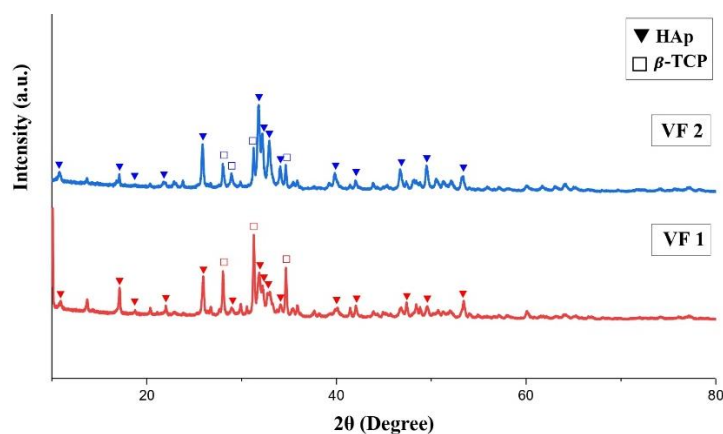
Setelah kedua larutan prekursor disiapkan, larutan kalsium ditempatkan dalam gelas beker di atas pelat pemanas berpengaduk pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ dan kecepatan pengadukan 350 rpm selama 1 jam. Larutan fosfat kemudian ditambahkan secara bertahap ke dalam larutan kalsium melalui metode titrasi menggunakan buret dengan laju alir 2 mL/menit. Selama penambahan, pH larutan dipertahankan pada rentang 10–11 dengan menambahkan larutan amonium hidroksida (NH_4OH). Setelah pengadukan, campuran diperam selama 24 jam pada suhu ruang. Endapan selanjutnya dipisahkan dari larutan melalui proses filtrasi selama 18 jam, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam. Sampel kering mengalami proses *sintering* dalam tanur pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam, lalu dihaluskan menggunakan mortar.



Gambar 3. Hidroksiapatit

c. Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, derajat kristalinitas, dan fase mineral yang terbentuk dalam hidroksiapatit. Pola difraksi yang menunjukkan hubungan antara intensitas dan sudut 2θ dibandingkan dengan standar Joint Committee on Powder Diffraction Data (JCPDS). Standar yang digunakan untuk mengidentifikasi fase adalah JCPDS 09-0432 dan 24-0033 untuk hidroksiapatit serta JCPDS 09-0169 untuk β -TCP.



Gambar 4. Pola Difraksi XRD Hidroksiapatit

Gambar 4 menunjukkan hasil karakterisasi XRD hidroksiapatit dari dua variasi massa fosfat sebagaimana tercantum dalam Tabel 1. Pada VF1, puncak difraksi utama terletak pada $2\theta = 25,94^\circ$; $31,83^\circ$; $32,21^\circ$; $47,38^\circ$; dan $53,37^\circ$. Sementara itu, pada VF2, puncak difraksi utama terletak pada $2\theta = 25,87^\circ$; $31,78^\circ$; $32,18^\circ$; $32,92^\circ$; dan $49,49^\circ$. Berdasarkan JCPDS 09-0432 dan 24-0033, fase yang terbentuk pada kedua variasi adalah hidroksiapatit.

Selain hidroksiapatit, fase lain yang teridentifikasi adalah β -TCP. Pada VF1, fase β -TCP terdeteksi pada $2\theta = 28,04^\circ$; $31,27^\circ$; dan $34,65^\circ$. Sementara itu, pada VF2, fase β -TCP terdeteksi pada $2\theta = 28,02^\circ$; $28,90^\circ$; $31,24^\circ$; dan $34,63^\circ$. Berdasarkan JCPDS 09-0169, fase yang terbentuk adalah β -TCP. Keberadaan fase sekunder β -TCP pada kedua variasi mengindikasikan bahwa sampel yang diperoleh bukan hidroksiapatit murni, melainkan material bifasik yang terdiri atas campuran hidroksiapatit dan β -TCP. Pembentukan β -TCP pada sampel yang mengalami proses *sintering* pada suhu 800°C berkaitan dengan dekomposisi atau transformasi parsial hidroksiapatit menjadi β -TCP akibat perlakuan suhu tinggi. Hal ini sesuai dengan laporan bahwa fase β -TCP dapat muncul pada suhu *sintering* 800°C . Meskipun demikian, keberadaan β -TCP dalam sampel hasil sintesis tidak selalu berdampak negatif terhadap kualitas material. β -TCP dikenal sebagai salah satu material pengganti tulang yang efektif karena bersifat biokompatibel, osteokonduktif, dan osteoinduktif sehingga telah banyak dimanfaatkan sebagai material pengganti tulang [17].

Proses *sintering* pada suhu 800°C menghasilkan pola difraksi kedua variasi yang secara visual tampak serupa. Berdasarkan analisis terhadap data JCPDS, ukuran kristal diestimasi menggunakan persamaan Scherrer berdasarkan tiga puncak tertinggi pada setiap variasi, sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 2.

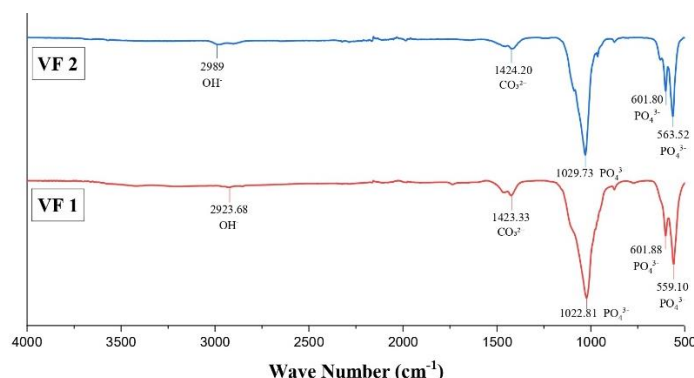
Tabel 2. Ukuran Kristal Hidroksiapatit

Kode	Puncak utama (°)	FWHM (°)	Ukuran kristal (nm)	Rata-rata ukuran kristal (nm)
VF1	32,21	0,225	40,0167	40,14
	47,38	0,182	51,9116	
	53,3	0,340	28,4760	
VF2	31,78	0,230	39,1073	36,36
	32,92	0,298	30,2693	
	49,49	0,240	39,6951	

Berdasarkan Tabel 2, estimasi ukuran kristal VF1 sebesar 40,14 nm berbeda dari estimasi ukuran kristal VF2 sebesar 36,36 nm. Namun, tanpa replikasi sintesis dan analisis statistik, temuan ini belum cukup untuk menegaskan besarnya pengaruh variasi fosfat terhadap ukuran kristal.

d. Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR)

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam hidroksiapatit yang disintesis dari cangkang landak laut. Pengujian dilakukan pada rentang bilangan gelombang 500–4.000 cm^{-1} untuk mengidentifikasi vibrasi ikatan atom dalam gugus fungsi tertentu. Gugus fungsi dalam hidroksiapatit meliputi OH^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} [18].



Gambar 5. Spektrum FTIR Hidroksiapatit dari Cangkang Landak Laut

Gambar 5 menunjukkan hasil karakterisasi FTIR hidroksiapatit dari dua variasi massa fosfat sebagaimana tercantum dalam Tabel 1. Kedua spektrum menunjukkan keberadaan gugus OH^- , CO_3^{2-} , dan PO_4^{3-} yang merupakan gugus khas hidroksiapatit. Pita serapan gugus OH^- ditunjukkan pada bilangan gelombang 2.923,68 cm^{-1} pada VF1 dan 2.989,00 cm^{-1} pada VF2. Nilai tersebut sesuai dengan pita hidroksiapatit komersial pada 635 cm^{-1} dan rentang 2.600–3.800 cm^{-1} [19], serta rentang 3.500–4.000 cm^{-1} [18]. Gugus CO_3^{2-} teridentifikasi pada bilangan gelombang 1.423,33 cm^{-1} pada VF1 dan 1.424,20 cm^{-1} pada VF2, yang sesuai dengan rentang 1.400–1.500 cm^{-1} [18]. Kemunculan gugus CO_3^{2-} diduga berkaitan dengan paparan udara selama proses preparasi dan sintesis yang menyebabkan substitusi karbonat dalam struktur hidroksiapatit. Gugus PO_4^{3-} teridentifikasi pada bilangan gelombang 1.022,81 cm^{-1} ; 601,88 cm^{-1} ; dan 559,10 cm^{-1} pada VF1 serta 1.029,73 cm^{-1} ; 601,80 cm^{-1} ; dan 563,52 cm^{-1} pada VF2. Nilai tersebut sesuai dengan rentang 570–1.200 cm^{-1} [18].

e. Fluoresensi Sinar-X (XRF)

Karakterisasi XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur penyusun hidroksiapatit secara keseluruhan dan menghitung rasio molar Ca/P pada setiap variasi. Rasio molar Ca/P yang diperoleh merepresentasikan rasio unsur total dalam keseluruhan sampel. Komposisi unsur dalam hidroksiapatit ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Komposisi Unsur Hidroksiapatit Hasil Analisis XRF (%)

Komponen	VF1	VF2
Al	1,60	1,40
Ca	33,70	34,70
Mg	5,90	6,00
P	16,00	15,40
Si	1,20	1,10
Cl	0,20	0,10
S	0,20	0,20
Sr	0,30	0,30

Berdasarkan Tabel 3, hidroksiapatit hasil sintesis mengandung unsur Ca sebesar 33,70% pada VF1 dan 34,70% pada VF2 serta unsur P sebesar 16,00% pada VF1 dan 15,40% pada VF2. Perhitungan rasio molar Ca/P menggunakan persamaan (3) menghasilkan nilai 1,63 untuk VF1 dan 1,74 untuk VF2. Rasio Ca/P VF1 sebesar 1,63 paling mendekati rasio stoikiometri ideal hidroksiapatit, yaitu 1,67. Temuan ini sejalan dengan rasio Ca/P awal VF1 sebesar 1,665 yang lebih mendekati kondisi stoikiometri.

Pada VF2, terdapat perbedaan antara rasio Ca/P awal sebesar 1,508 dan rasio Ca/P keseluruhan hasil XRF sebesar 1,74. Rasio Ca/P yang lebih tinggi pada VF2 mengindikasikan kemungkinan kelebihan kalsium relatif terhadap fosfat. Kondisi ini mungkin disebabkan oleh hilangnya sebagian fosfat selama proses pencucian atau terbentuknya fase kaya kalsium. Namun, interpretasi tersebut masih bersifat dugaan karena analisis lanjutan terhadap distribusi fase secara kuantitatif tidak dilakukan.

4 Kesimpulan

Hidroksiapatit dari cangkang landak laut (*Arbacia tripneustes*) berhasil disintesis menggunakan metode presipitasi basah melalui kalsinasi cangkang pada suhu 1.000 °C untuk menghasilkan CaO. CaO kemudian direaksikan dengan diamonium hidrogen fosfat ((NH₄)₂HPO₄) pada dua variasi penambahan fosfat. Hasil karakterisasi XRD mengonfirmasi bahwa kedua variasi menghasilkan fase hidroksiapatit yang sesuai dengan standar JCPDS 09-0432 dan 24-0033, disertai fase sekunder β -TCP yang teridentifikasi berdasarkan JCPDS 09-0169. Estimasi ukuran kristal rata-rata adalah 40,14 nm untuk VF1 dan 36,36 nm untuk VF2; keduanya berada dalam rentang ukuran kristal hidroksiapatit tipikal sebesar 15–50 nm. Karakterisasi FTIR mengonfirmasi keberadaan gugus fungsi khas hidroksiapatit, yaitu OH⁻, PO₄³⁻, dan CO₃²⁻, pada kedua variasi sampel. Hasil XRF menunjukkan perbedaan rasio molar Ca/P antara kedua variasi. VF1 dengan massa fosfat 3,53 g menghasilkan rasio molar Ca/P sebesar 1,63, sedangkan VF2 dengan massa fosfat 3,90 g menghasilkan rasio molar Ca/P sebesar 1,74. Di antara kedua variasi penambahan fosfat yang diuji, VF1 menghasilkan rasio molar Ca/P yang paling mendekati rasio stoikiometri ideal hidroksiapatit sebesar 1,67. Namun, keberadaan fase sekunder β -TCP menunjukkan bahwa material yang diperoleh belum sepenuhnya berupa hidroksiapatit murni. Selain itu, penilaian ini terbatas pada parameter rasio Ca/P tanpa didukung analisis kuantitatif kemurnian fase maupun bioaktivitas. Oleh karena itu, hasil penelitian belum dapat digunakan untuk menyimpulkan kondisi sintesis yang optimal secara umum.

5 Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), khususnya Laboratorium Mekanikal Material dan Struktur, Laboratorium Imaging Fisika Maju, dan Laboratorium Kimia di Kawasan Sains dan Teknologi (KST) BJ Habibie, Tangerang Selatan, atas fasilitas dan dukungan yang memungkinkan seluruh rangkaian pengujian dalam penelitian ini terlaksana dengan baik.

6 Referensi

- [1] I. Sukmana, A. Y. E. Risano, M. A. Wicaksono, R. A. Saputra, "Perkembangan dan Aplikasi Biomaterial dalam Bidang Kedokteran Modern: A Review," *Insologi: Jurnal Sains dan Teknologi*, vol. 1, no. 5, Oktober 2022.
- [2] N. S. G. Vázquez, P. A. L. Morales, C. M. G. Gutierrez, O. N. Olivas, R. C. V. Sánchez, A. R. V. Nestor, M. C. Chinchillas, "Hydroxyapatite Biosynthesis Obtained from Sea Urchin Spines (*Strongylocentrotus purpuratus*): Effect of Synthesis Temperature," *Processes*, vol. 8, no. 4, April 2020.

- [3] Md. A. Islam, N. Hossain, S. Hossain, F. Khan, S. Hossain, Md. M. R. Arup, M. A. Chowdhury, Md. M. Rahman, "Advances of Hydroxyapatite Nanoparticles in Dental Implant Applications," *International Dental Journal*, vol. 75, no. 3, hal. 2272–2313, Juni 2025.
- [4] F. Afifah, S. E. Cahyaningrum, "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi (*Bos taurus*) Menggunakan Teknik Kalsinasi," *UNESA Journal of Chemistry*, vol. 9, no. 3, hal. 189–196, September 2020.
- [5] Rahmawati, Suwito, S. Mangiwa, "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Ayam," *AVOGADRO Jurnal Kimia*, vol. 4, no. 2, hal. 108–116, November 2020.
- [6] K. Suprianto, Hidayati, C. Nilam, N. Khairiyah, R. Amelia, dan S. Rahmadita, "Hidroksiapatit dari cangkang telur sebagai bone graft yang potensial dalam terapi periodontal," *MKGK (Majalah Kedokteran Gigi Klinik)*, vol. 5, no. 3, hal. 76–87, Desember 2019.
- [7] C. M. Azhari, "Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) yang Disintesis dengan Variasi Suhu Kalsinasi," Laporan Tugas Akhir, Fakultas Teknik, Universitas Singaperbangsa Karawang, Karawang, Juli 2025.
- [8] I. A. Suci, Y. D. Ngapa, "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) dari Cangkang Kerang Ale-Ale Menggunakan Metode Presipitasi Double Stirring," *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)*, vol. 8, no. 2, Oktober 2020.
- [9] A. R. Gintu, "Hidroksiapatit (HAp) dari Cangkang Kerang Mutiara Air Tawar (Kijing) (*Anodonta woodiana*) Rawa Pening Kabupaten Semarang," *Jurnal Migasian*, vol. 6, no. 2, Desember 2022.
- [10] M. A. Jamilludin, K. Hayashi, Y. Yusuf, K. Ishikawa, "Fabrication of magnesium-doped biphasic calcium phosphate granules with sea urchin spine-derived porous structure," *Ceram Int*, vol. 15, no. 50, Juli 2024.
- [11] E. Cahyono, J. F. Jonas, B. A. Lalenoh, N. Kota, "Karakterisasi Kalsium Karbonat (CaCO_3) Dari Cangkang Landak Laut (*Diadema setosum*)," *Jurnal Fishtech*, vol. 8, no. 1, hal. 27–33, Mei 2019.
- [12] M. A. Jamilludin, J. Partini, D. L. Kusindarta, Y. Yusuf, "Fabrication of antibacterial bone scaffold based on carbonate-substituted hydroxyapatite containing magnesium from black sea urchin (*Arbacia lixula*) shells reinforced with polyvinyl alcohol and gelatin," *Results in Materials*, Mei 2024.
- [13] M. A. Jamilludin, I. K. H. Dinatha, A. I. Supii, J. Partini, D. L. Kusindarta, Y. Yusuf, "Functionalized cellulose nanofibrils in carbonate-substituted hydroxyapatite nanorod-based scaffold from long-spined sea urchin (*Diadema setosum*) shells reinforced with polyvinyl alcohol for alveolar bone tissue engineering," *Royal Society of Chemistry*, vol. 13, no. 46, hal. 32444–32456, November 2023.
- [14] I. A. Suci, dan Y. D. Ngapa, "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) dari Cangkang Kerang Ale-Ale Menggunakan Metode Presipitasi Double Stirring," *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)*, vol. 8, no. 2, Oktober 2020.
- [15] A. R. Gintu, "Hidroksiapatit (HAp) dari Cangkang Kerang Mutiara Air Tawar (Kijing) (*Anodonta woodiana*) Rawa Pening Kabupaten Semarang," *Jurnal Migasian*, vol. 6, no. 2, Desember 2022.
- [16] N. Suwannasingha, A. Kantavong, S. Tunkijjanukij, C. Aenglong, H. B. Liu, and W. Klaypradit, "Effect of calcination temperature on structure and characteristics of calcium oxide powder derived from marine shell waste," *J. Saudi Chem. Soc.*, vol. 26, no. 2, 2022.
- [17] M. Bohner, B. L. G. Santoni, dan N. Dobelin, " β -tricalcium phosphate for bone substitution: Synthesis and properties," *Acta Biomaterialia*, hal. 23–41, 2020.
- [18] A. A. Rahmah, dan M. A. Hidayatullah, "Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Sawah dengan Kombinasi Polycaprolactone (PCL) sebagai Suture Anchor berbasis 3D Printing," Skripsi, Departemen Teknik Kimia Industri SV ITS, Surabaya, 2022.
- [19] L. B. Cimdina, dan N. Borodajenko, "Research of Calcium Phosphates Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy," *Infrared Spectroscopy Materials Science, Engineering and Technology*, hal. 123–148, April 2012.