

ISSN : 0854 - 5405

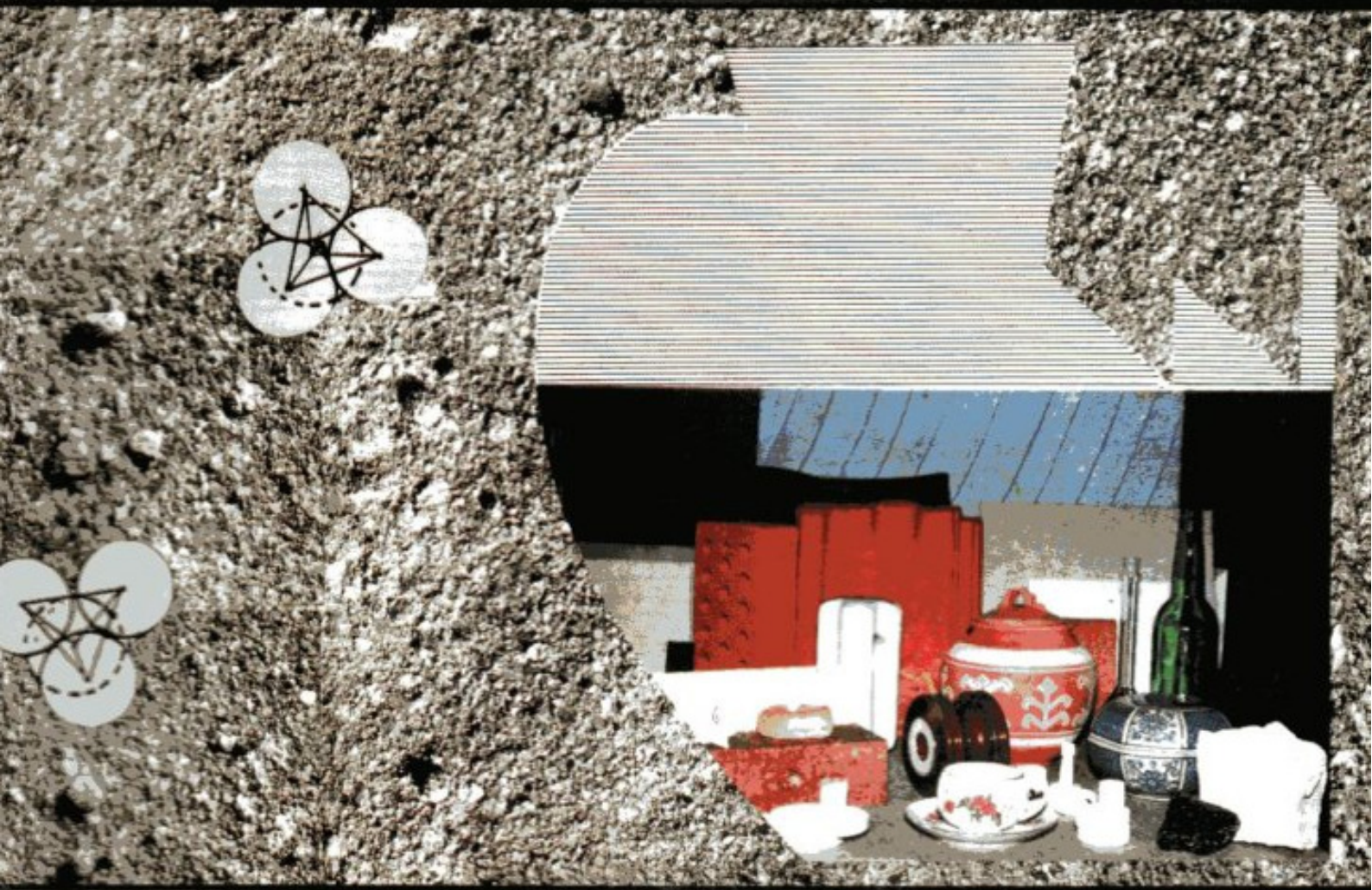


**Kementerian
Perindustrian**
REPUBLIK INDONESIA

Jurnal
KERAMIK DAN GELAS INDONESIA

JOURNAL OF THE INDONESIAN CERAMICS AND GLASS

Vol. 25 No. 2. Desember 2016



KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI

BALAI BESAR KERAMIK

JKGI	VOL. 25	No. 2	Hal. 46 - 107	Bandung Desember 2016	ISSN 0854 - 5405
------	---------	-------	---------------	--------------------------	---------------------

Terakreditasi No: 658/AU3/P2MI-LIPI/07/2015

Jurnal
KERAMIK DAN GELAS INDONESIA
JOURNAL OF THE INDONESIAN CERAMICS AND GLASS

Vol. 25 No. 2. Desember 2016

Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia adalah majalah ilmiah yang diterbitkan dua kali dalam setahun untuk menyebarluaskan hasil-hasil penelitian dan pengembangan serta ulasan ilmiah tentang keramik dan gelas kepada lembaga penelitian dan pengembangan, ilmuwan dan peminat lainnya. Tulisan dalam Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia dapat dikutip dengan menyebutkan sumbernya.

Penanggung Jawab
Kepala Balai Besar Keramik
Ir. Supomo, M.Sc.

Ketua Penyunting Merangkap Anggota
Ir. Hernawan, MT (Keramik Maju & Gelas)

Penyunting Ahli
Dra. Sri Cicih Kurniasih, M.Si (Keramik Elektronik & Nano Material)
Ir. Subari (Keramik Konvensional dan Pengetahuan Bahan)
Drs. Suhandi (Keramik Maju & Ilmu Bahan)

Mitra Bestari
DR.Ir. Aristianto MMB, MSCE (Keramik Elektronik & Keramik Struktural)
Dra. Naniek Sulistarihani, MS (Keramik Elektronik & Keramik Struktural)
Dr. Diana Rakhmawaty E, M.Si (Kimia Anorganik)
Prof. Dr. Ir. Tarzan Sembiring (Keramik Maju)
Drs. Fanani Hamzah, MS (Keramik Maju & Gelas)

Sekretariat & Redaksi Pelaksana
Dr. Handoko Setyo Kuncoro, ST, MT, M.Eng, PhD.
Nurhidayati, S.Si, MT.

Alamat Penyunting dan Tata Usaha
Balai Besar Keramik
Jl. Akhmad Yani No. 392 Bandung 40272
Telp: (022) 7206221, 7207115, 7206296
Fax: (022) 7205322
e-mail: jkgi.bbk@gmail.com

DAFTAR ISI

	Halaman
1. Sintesis dan Karakterisasi Bone Ash Sintetik dari Bahan Alam <i>Characterization of Synthetic Bone Ash from Natural Sources</i> Kristanto Wahyudi, Frank Edwin dan Naili Sofyaningsih	46 - 58
2. Modifikasi Filter Keramik dengan Y-Alumina sebagai Adsorben Logam Berat <i>Modified Ceramic Filter with Y-Alumina Addition as Heavy Metals Adsorben</i> Eneng Maryani, Suhandha, Naili Sofyaningsih dan Ayu Ratnaningsih	59 - 67
3. Kajian Perkembangan Penelitian Glasir untuk Industri Keramik Selama 25 Tahun Terakhir <i>A Riview on The Glaze Researches Development Over The Last 25 Years in Center for Ceramics</i> Handoko Setyo Kuncoro, Herlina Damayanti dan Naili Sofyaningsih	68 - 78
4. Zirkonia untuk Aplikasi Material Restorasi Gigi <i>Zirconia as a Material for Dental Restorative Applications</i> Lia Asri, Rifki Septawendar dan Bambang Sunendar	79 - 88
5. Sintesis dan Karakterisasi γ -Alumina Nanopartikel dari Garam Nitrat dengan Variasi Penambahan Polietilen Glikol (PEG) <i>Synthesis and Caharcaterization of Nanoparticle γ-alumina from Nitarte Salt with Variation of Polyethylen Glycol (PED) Addition.</i> Raisa Khairani, Heri Setiawan dan Bambang Sunendar	89 - 95
6. Sintesis dan Karakterisasi Lempeung Terinterkalasi dengan Menggunakan Cetyl Pridinium hloride <i>Synthesis and Characterization of Clay Intercalation Using Cetyl Pridinium Chloride</i> Hernawan dan Nurhidayati	96 - 107

KATA PENGANTAR

Jurnal Keramik dan Gelas Indonesia Vol. 25 No.2 Desember 2016 ini menyajikan 6 (enam) makalah yang ditulis oleh Peneliti Balai Besar Keramik dan instansi litbang lainnya. Makalah-makalah tersebut membahas sintesis dan karakterisasi bone ash sintetik dari bahan alam, modifikasi filter keramik dengan γ -alumina sebagai adsorben logam berat, kajian perkembangan penelitian glasir untuk industri keramik selama 25 tahun terakhir, bahan zirkonia untuk aplikasi material restorasi gigi, sintesis nanopartikel γ -alumina dari garam nitrat dengan variasi penambahan polietilen glikol (PEG), dan sintesis lempung terinterkalasi dengan menggunakan *cetyl pyridinium chloride*.

Pada makalah pertama bahan baku alam yang digunakan untuk pembuatan bone ash sintetik diambil dari kapur Padalarang dan Cirebon dengan bahan pembentuk larutan asam fosfat teknis. Hasil karakterisasi XRD untuk pH 8-11 pada suhu kalsinasi 800°C menunjukkan hasil struktur kristal yang identik dengan tulang asli yang dibakar pada suhu 950°C, yaitu kristal hidroksiapatit (HA). Sedangkan hasil FTIR menunjukan gugus yang dominan dari ikatan fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 417 cm^{-1} dan 1084 cm^{-1} dengan sebagian fraksi kecil gugus karbonat (CO_3^{2-}), gugus hidroksil (OH), berturut-turut pada bilangan gelombang 1447 cm^{-1} dan 3417 cm^{-1} .

Pada makalah kedua dipaparkan guna meningkatkan daya adsorpsi filter keramik terhadap logam berat maka dilakukan modifikasi filter dengan mengisi 80 gram adsorben γ -alumina ke dalamnya. Filter keramik yang dimodifikasi telah berhasil mengadsorpsi logam berat (Pb, Ar, dan Cd) terutama Pb sehingga diperoleh kadar Pb sampai batas kuantifikasi alat pengukuran.

Pada makalah ketiga hasil-hasil penelitian glasir khususnya di Balai Besar Keramik akan dikaji dalam kaitannya dengan permasalahan di industri keramik di Indonesia. Hasil perhitungan dengan metode statistik ANOVA memberikan nilai *p-value* dibawah 0,05 dan perhitungan nilai *F* 4,75 (diatas kriteria *F* 2,87) yang menunjukkan bahwa penelitian-penelitian glasir selama ini memiliki hubungan yang signifikan dengan permasalahan di industri (IKM) keramik Indonesia.

Pada makalah keempat diulas mengenai perkembangan zirkonia sebagai material restorasi gigi, mulai dari struktur zirkonia, sifat mekanik, degradasi, aplikasi, sampai dengan studi *in vivo* dan *in vitro*. Selain itu juga dibahas mengenai prospek dan fokus penelitian zirkonia ke depan sebagai material restorasi gigi.

Pada makalah kelima ditunjukkan bahwa material gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) telah berhasil disintesis dengan prekursor aluminum nitrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) pada variasi penambahan surfaktan polietilen glikol (PEG) 6000 (PEG/Al 0.133) sebagai dispersan dan pengarah struktur satu dimensi (template). Hasil analisis XRD dan SEM menunjukkan jenis fasa mineral gamma alumina ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) dengan sebagian besar partikel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ +PEG memiliki morfologi berbentuk bulat dan sebagian lagi cenderung berbentuk batang dengan ukuran panjang sekitar (40 – 70) nm dan diameter (10 – 20) nm.

Pada makalah keenam ditunjukkan bahwa lebar jarak basal (antar lapis) dari *montmorillonite* dipengaruhi berat *Cetylpyridinium chloride* (CPC) ditambahkan terhadap berat Na-Monmorilonit. Indikasi adanya pelebaran ditunjukkan oleh perubahan posisi, bentuk, dan intensitas hasil refleksi basal (d_{001}) pada difraktogram setelah dilakukannya proses interkalasi.

Hasil penelitian dan kajian di atas diharapkan dapat menyumbangkan kemajuan teknologi keramik di Indonesia, sehingga tidak tertinggal dengan kemajuan teknologi keramik global.

Redaksi selalu mengharapkan kritik dan saran dari para pembaca.

Redaksi

SINTESIS DAN KARAKTERISASI BONE ASH DARI BAHAN ALAM

Characterization of synthetic bone ash from natural resources

Kristanto Wahyudi, Frank Edwin dan Naili Sofyaningsih

Balai Besar Keramik
Jl. Jend. A. Yani No. 392 Bandung

Naskah diterima : 17 Oktober 2016, Rev I : 25 Oktober 2016, Rev II : 10 Nopember 2016 , Diterima : 21 Nopember 2016

ABSTRAK

Bahan *bone ash* sintetik telah disintesa dari kapur alam dengan menggunakan metode presipitasi. Bahan baku alam yang digunakan adalah kapur Padalarang dan kapur Cirebon dengan bahan pembentuk larutan asam fosfat teknis. Parameter proses sintesis bone ash yang dikontrol meliputi pH dari larutan yakni pH 8-9 dan pH 10-11, konsentrasi perbandingan menurut takaran stoikiometri dan perlakuan panas pada rentang suhu 800–1000°C. Perlakuan variasi panas dilakukan untuk mempelajari efek perubahan suhu terhadap ukuran partikel serta derajat kristalinitas *bone ash*. *Bone ash* sintetik dikarakterisasi dengan EDX, XRD, dan FTIR. Berdasarkan hasil analisa EDX *bone ash* sintetik memberikan nilai rasio Ca/P untuk kapur Cirebon : 1,47, kapur Padalarang : 1,64 dan sebagai pembanding untuk tulang asli : 1,57. Hasil XRD, untuk pH 8-9 dan pH 10-11 pada suhu kalsinasi 800°C menunjukkan struktur kristal yang identik dengan tulang asli yang dibakar pada suhu 950°C, yaitu kristal hidroksiapatit (HA). Sedangkan hasil FTIR menunjukkan gugus yang dominan dari ikatan fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 417 cm^{-1} dan 1084 cm^{-1} dengan sebagian fraksi kecil gugus karbonat (CO_3^{2-}), gugus hidroksil (OH), berturut-turut pada bilangan gelombang 1447 cm^{-1} dan 3417 cm^{-1} .

Kata kunci: *bone ash* sintetik, presipitasi, kapur Padalarang, kapur Cirebon

ABSTRACT

Synthetic *bone ash* material has been synthesized from natural limestone using precipitation method.. Natural raw materials used for the synthesis of *bone ash* are Padalarang lime and Cirebon lime with technical phosphoric acid solution as forming agent. The controlled process parameters of *bone ash* synthesis are the pH of the solution pH 8-9 and 10-11 according to dosage the stoichiometri concentration ratio, and heat treatment at a temperature range of 800-1000 ° C. Variations in heat treatment was carried out to study the effects of temperature changes on the particle size and degree of crystallinity of *bone ash* synthesis. Synthetic *bone ash*

characterized by EDX, XRD and FTIR. Based on the results of EDX analysis value ratio Ca / P of synthetic bone ash lime Cirebon: 1,47, lime Padalarang: 1.64 and as a comparison to the original bone: 1.57. The XRD results, to pH 8-9 and pH 10-11 at a temperature of 800°C calcination show the crystal structure that is identical to the original bones burned at temperatures of 900°C, ie crystalline hydroxyapatite (HA). Whereas the FTIR results showed that the dominant group of the phosphate bonds (PO_4^{3-}) at wave number 1484 cm^{-1} with mostly small fraction of carbonate groups (CO_3^{2-}), hydroxyl group (OH), respectively at wave number 1447 cm^{-1} and 3417 cm^{-1} .

Key words : synthetic bone ash, precipitation, Padalarang lime, Cirebon lime

I. PENDAHULUAN

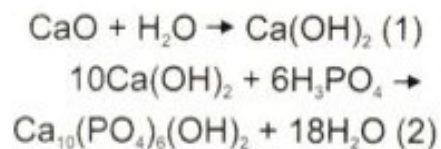
Bone ash merupakan bahan keramik dengan komposisi terdiri dari senyawa oksida kalsium dan fosfat sebagai mineral atau garam fosfat. Kalsium fosfat terbagi menjadi beberapa jenis bergantung pada rasio perbandingan Ca/P, yaitu monokalsium fosfat, dikalsium fosfat, trikalsium fosfat, hidroksiapatit (HA/ *bone ash*), apatit, oktakalsium fosfat, bifasik kalsium fosfat (BCP), tetrakalsium fosfat dan amorfos kalsium fosfat. *Bone ash* telah digunakan diberbagai aplikasi yaitu, industri keramik, serta dunia medik (bahan dental sintetik, perekat tulang dan gigi dan tulang buatan). Pada industri keramik *bone ash* merupakan bahan utama pada pembuatan keramik bone china ditujukan untuk mendapat bodi yang kuat, memperbaiki sifat-sifat fasa gelas yang terbentuk dengan memasukan komponen fosfat, atau dengan kata lain komponen fosfat berfungsi sebagai bahan pelebur menjadi fasa gelas fosfat [1-4], berwarna putih tulang, tembus bayang dan mengkilap. Penggunaan lain *bone ash* adalah sebagai material bio-keramik, terutama dalam bentuk hidroksiapatit

(HA), untuk dental, perekat tulang dan tulang buatan [5-6].

Bone ash dibuat dengan berbagai sumber, dari tulang kerbau [7], cangkang telur [8-14], cangkang keong[15], gipsum alami[18], tulang tuna[19] dan buatan[1] yang dikalsinasi dari pada suhu 1000°C. Pada tahap awal sumber kapur dicuci dengan uap panas untuk menghilangkan lemak dan *bone glue*[8]. Untuk menghasilkan *bone ash* yang putih bersih dan khas, tulang-tulang dipastikan tidak mengandung kadar besi yang tinggi. Proses berikutnya yaitu menghilangkan kadar besi dengan alat magnetik ferro filter. Adanya sejumlah besi akan memberikan warna kuning seperti gading. Pada pembakaran reduksi netral adanya besi akan terbentuk Fe^{2+} yang memberikan warna abu-abu pada produk bone china. Tulang-tulang dikeringkan dahulu sampai kadar air 12,5%, selanjutnya digiling halus secara basah, dikeringkan kembali dan dikalsinasi pada suhu 1000 °C menjadi *bone ash*. Namun pembakaran tulang tersebut menimbulkan masalah pencemaran lingkungan dengan gas hasil

bakar tulang yang berbau, harganya yang cukup mahal, selain itu kualitas maupun kuantitas *bone ash* dari tulang hewan sering berfluktuasi. Selain itu di beberapa negara tertentu, Malaysia, Brunei, Singapura, Pakistan, dan beberapa negara yang mayoritas muslim mengkhawatirkan sumber *bone ash* berasal dari tulang hewan yang diharamkan.

Untuk mengatasi hal tersebut perlu dicari bahan alternatif utama lain yaitu penggunaan abu tulang sintetik yang kualitasnya tidak kalah dengan tulang asli yang dibakar. Terdapat berbagai macam metode untuk mensintesa bone ash, di antaranya, metode presipitasi, sol-gel, hydrothermal, emulsi berlipat, deposisi biomimetik, dan elektrodeposisi [5]. Metode yang dilakukan pada penelitian ini adalah metode presipitasi yang dikembangkan oleh RathjeSecara alami *bone ash* adalah senyawa kalsium fosfat yang dapat dibuat dengan mencampurkan kapur tohor dengan asam fosfat dengan metoda presipitasi[20][21]. Suatu metode pencampuran asam dan basa yang menghasilkan padatan kristalin dan air. Dengan cara mengalirkan secara perlahan asam fosfat pada sumber kalsium yang diaduk. Reaksi yang terjadi dalam pembentukan bone ash selama proses presipitasi adalah sebagai berikut :



Dengan melalui proses pengendapan terkontrol dan pengaturan pH. Sedangkan bahan alternatif utama yang digunakan pada sintesis abu tulang ini adalah bahan galian alam yang cukup melimpah di Indonesia yaitu kapur.

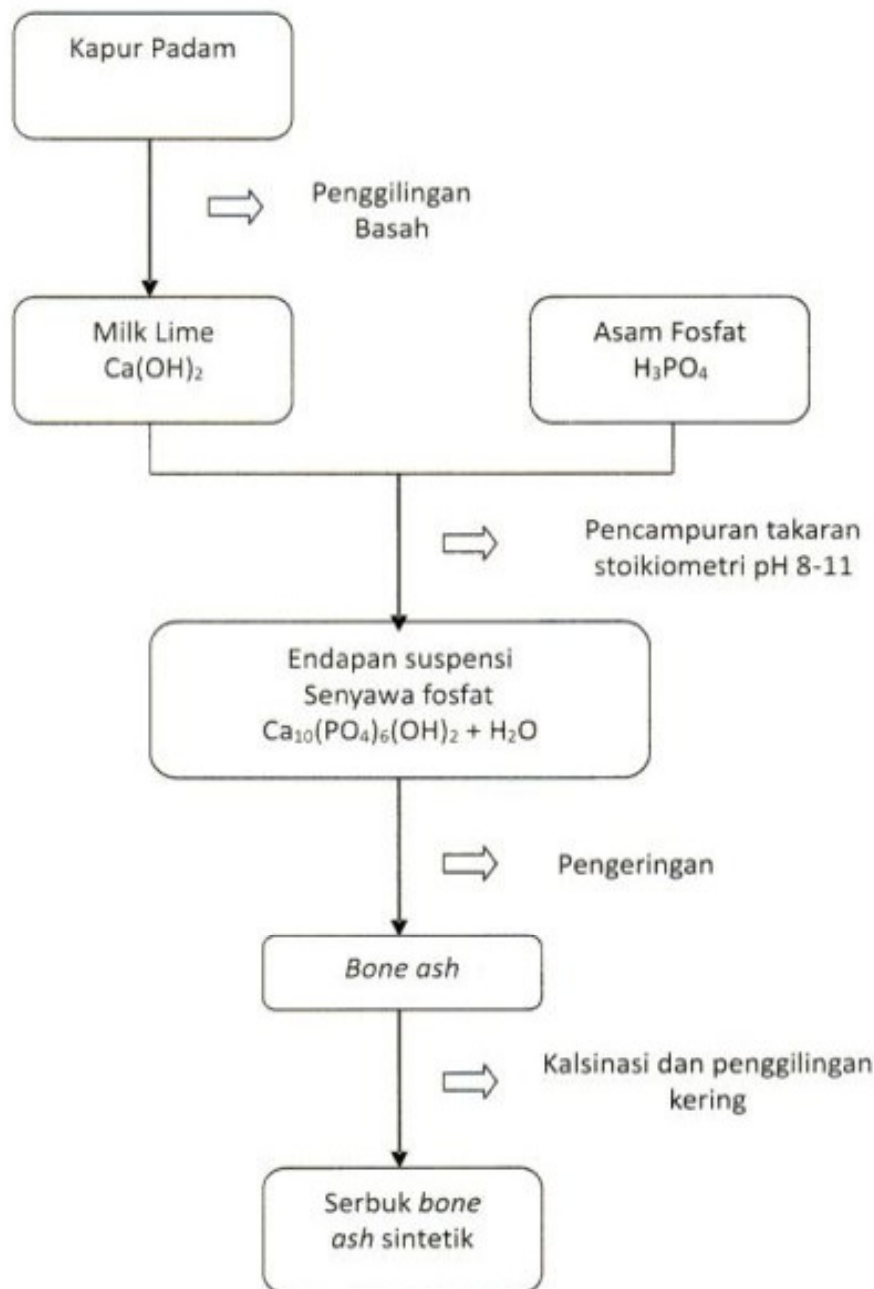
II. BAHAN DAN METODE

2.1 Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah kapur alam yang berasal dari daerah Padalarang dan Cirebon, asam fosfat dengan kualitas teknis. Alat yang digunakan adalah reaktor pengendap yang terdiri dari silinder kaca dengan ukuran diameter 30 cm dan tinggi 60 cm, gelas ukur, pH meter dan peralatan pendukung lainnya seperti, milling, tungku listrik, dan tungku gas.

2.2 Metode

Proses sintesa *bone ash* dapat ditunjukkan dengan diagram alir di bawah ini ; dengan tahapan sebagai berikut :



Gambar 1. Alur sintesa *bone ash*

- a. Pemadamam kapur tohor dilakukan dengan penggilingan basah dalam pot mill selama 6 jam, sampai larutan lolos 150 mesh
- b. Pengendapan menggunakan larutan asam fosfat pada konsentrasi *milk lime* 2 liter dan H_3PO_4 2 liter dan diaduk dalam reactor pengendap[dengan pH yang dapat dikontrol.
- c. Selanjutnya bahan campuran milk lime dan asam fosfat dikeringkan pada suhu $110^{\circ}C$ selama 6 jam.a.
- d. Massa kering dikalsinasi pada suhu $800^{\circ}C$ dan $1000^{\circ}C$ kemudian digiling kering untuk menghasilkan *bone ash* sintetik

2.3 Karakterisasi

Karakterisasi *bone ash* yaitu : analisa kimia metoda EDX, XRD dan FTIR. Untuk mengetahui kandungan unsur kimia akan dilakukan analisa menggunakan EDX Shimazu Balai Besar Keramik, sedangkan untuk

karakteristik struktur kristal menggunakan XRD PANalytical dengan $\text{Cu}_{\alpha_1} = 1.54060^\circ$, generator 30 mA, 40 kV, dan jarak 2θ nya adalah $10-100^\circ$. Fraksi fasa kristalin (X_c) dievaluasi dengan persamaan

$$XC = 100 \cdot \frac{I_{300} - V_{112/300}}{I_{300}}, (\%) \quad (3)$$

I_{300} : intensitas puncak difraksi (300),

$V_{112/300}$: intensitas antara puncak (112) dan (300).

Ukuran kristal, τ , dihitung berdasarkan persamaan Scherrer's :

$$\tau = \frac{K \cdot \lambda}{W \cdot \cos(\theta)}, (nm) \quad (4)$$

K : konstanta bentuk kristal, $0,8 < K < 11$;
 $K = 0,94$ untuk FWHM kristal spherical dengan simetris kubik

λ : panjang gelombang radiasi monokromatik ($\lambda_{\text{Cu}} = 1,5405 \text{ \AA}$)

W : lebar puncak dari pola distribusi puncak diukur dari setengah nilai intensitas maksimum.

Untuk mengetahui gugus ikatan Ca dan P, serbuk HA yang dihasilkan dianalisa dengan Spektroskopi FT-IR (Fourier Transform Infra Red) interferometer Michelson

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Karakteristik Kimia Bahan Baku dan *Bone Ash* Sintetik

Berdasarkan analisa kimia EDX sampel terlihat mengandung berbagai mineral selain kalsium, seperti besi oksida. Sampel yang di uji yaitu sampel kapur Padalarang, kapur Cirebon, *bone ash* tulang asli, *bone ash* sintetik yang dihasilkan dari bahan kapur Padalarang pH 8-9, dan, *bone ash* sintetik dari bahan kapur Cirebon pH 8-9.

Tabel 1. Analisa Kimia Metode EDX

No	Contoh	Oksida (%)				Rasio (Ca/Pa)
		CaO	Fe ₂ O ₃	Lainnya	P ₂ O ₅	
1	Kapur Cirebon	98,483	0,276	0,030	-	-
2	Kapur Padalarang	98,436	0,227	0,028	-	-
3	<i>Bone Ash</i> Tulang Asli	59,210	0,025	0,013	37,656	1,572
4	<i>Bone Ash</i> Cirebon (800°C)	56,991	0,088	0,005	38,740	1,471
5	<i>Bone Ash</i> Padalarang (800°C)	59,481	0,130	0,022	36,187	1,644

Pada sampel kapur Padalarang dan kapur Cirebon selain sebagian besar mengandung CaO dengan rata-rata sekitar 98,45 % dua jenis kapur tersebut memiliki kandungan lain seperti Fe₂O₃ yang cukup kecil rata-rata sekitar 0,024 %. Pada hasil analisis produk yang diharapkan memiliki rasio Ca/P sama dengan HA yang secara stoikiometri tersusun atas kalsium dan fosfat dengan rasio Ca/P = 1,67. Secara teoritis HA memiliki perbandingan Ca terhadap P sebesar 1,67. Angka perbandingan tersebut umumnya berubah sekitar 1,33-1,67.

Secara praktis menunjukkan bahwa sintesis dengan metode basah yang dilakukan menghasilkan HA dengan tingkat kemurnian yang sangat baik dan menyerupai komposisi kalsium fosfat yang ada pada tulang, Pada *bone ash* hasil sintesis baik dari kapur Padalarang maupun kapur Cirebon dibandingkan dengan kandungan *bone ash* dari bahan alami yang hasilnya perbandingan rasio Ca/P cukup mendekati dan masih ada pada rasio Ca/P secara umumnya

3.2 Karakteristik Mineral Bone Ash Sintetik

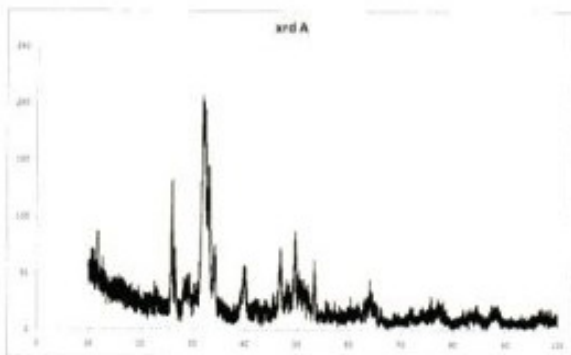
Berdasarkan analisa XRD, menunjukkan adanya puncak utama dari fasa mineral HA yang sudah tampak menduduki posisi nilai sudut 2θ, namun intensitas puncak yang menunjukkan hidroksilapatit masih melebar yang berarti fasa kristalin belum terbentuk dengan sempurna. Untuk meningkatkan kesetabilan dari hidroksilapatit maka perlu dilakukan kalsinasi dengan suhu 800° C - 1000°C . Hasil kalsinasi bone ash sintetik 1000°C dapat dilihat pada Gambar 8. yang menunjukkan telah terbentuknya HA kristalin yang lebih sempurna; ini di buktikan dengan membandingkan hasil XRD pada bone ash dari tulang asli, puncak-puncak yang dihasilkan jauh lebih mendekati. Ini berarti suhu pembakaran berpengaruh terhadap terbentuknya HA yang diharapkan. Tingkat amorf masih tampak pada difraktogram untuk suhu 100°C dan 800°C, dengan melebarnya puncak-puncak pada garis horizontal sudut 2θ. Pada gambar 2. dan gambar 3. merupakan kapur alam yang ditritasi

dengan asam fosfat dengan pengaturan pH 6-7. Pada pemanasan 100°C, puncak difraksi yang muncul adalah kristal hidroksiapatit yang masih muda, kemudian bila dipanaskan sampai 800°C akan muncul puncak Ca(OH)₂ dan CaO ini disebabkan jumlah larutan asam fosfat yang ditritasikan ke dalam serbuk kapur alam masih kurang, sehingga masih berlebih kandungan Ca. Pada gambar 4. dan gambar 5, larutan asam fosfat ditingkatkan menjadi pH 8-9, dengan pemanasan 100°C puncak difraksi menunjukkan kristal hidroksiapatit muda, dan semakin terlihat jelas pada suhu 800°C, semua puncak-puncak difraksi menunjukkan kristal hidroksiapatit yang memiliki struktur heksagonal (grup ruang P63/m) sebagai fasa dominan dengan karakteristik 2θ pada sudut 31,8782° (2 1 1), 32,8284° (1 1 2) dan 32,9637° (3 0 0). Berbeda dengan

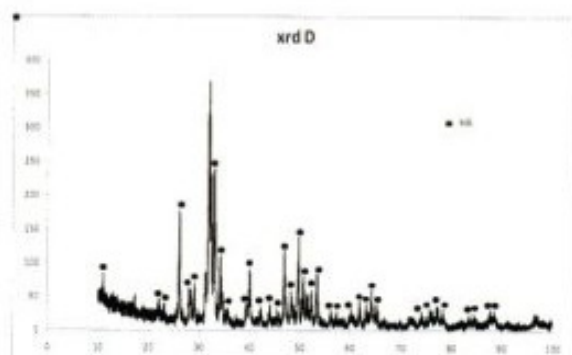
pH 10-11 pada gambar 7 dan gambar 8, meski masih terdapat Ca(OH)₂ yang berlebih namun setelah dikalsinasi sampai 800°C seluruh bahan berubah menjadi hidroksiapatit. Gambar 6. Bila contoh dikalsinasi sampai suhu 1000°C maka puncak difraksi pada posisi 2θ ada pada bidang 29,8325 (3 0 0), 31,257 (0 2 10) dan 34,5795 (2 2 0) memastikan kehadiran α-TCP (alpha tri calcium phosphate) di dalamnya. struktur rhombohedral (grup ruang R3c). Hal ini disebabkan pada suhu sintering 1000°C - 1100°C, HA akan membentuk kristal α-TCP berdasarkan persamaan sebagai berikut:



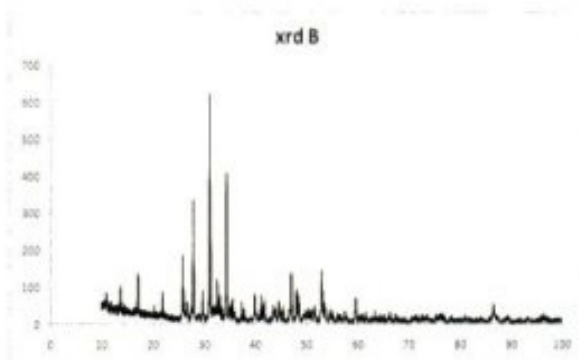
Gambar 9. merupakan tulang asli yang dikalsinasi sampai suhu 950°C, dan memiliki struktur kristal HA dominan



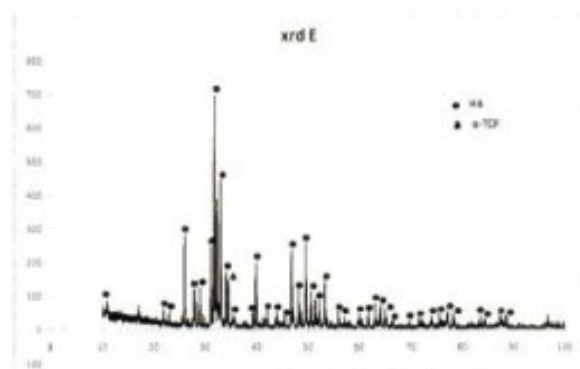
Gambar 2. Bone ash pH 6-7 kalsinasi 100°C



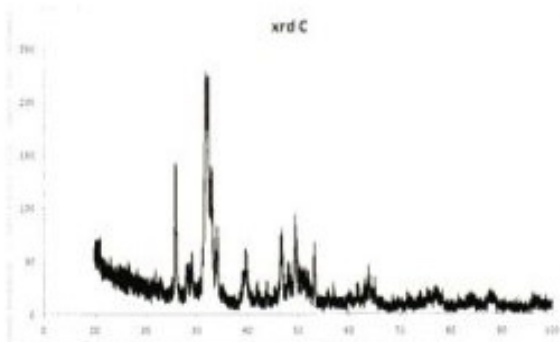
Gambar 5. Bone ash pH 8-9 kalsinasi 800°C



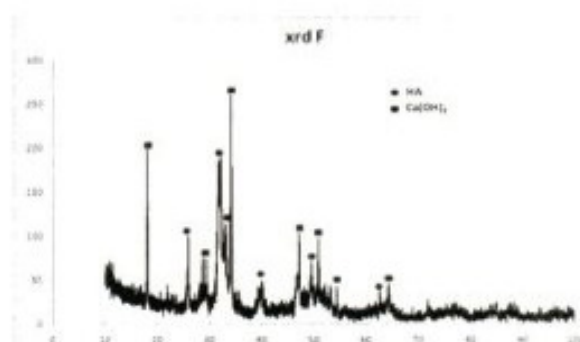
Gambar 3. Bone ash pH 6-7 kalsinasi 800°C



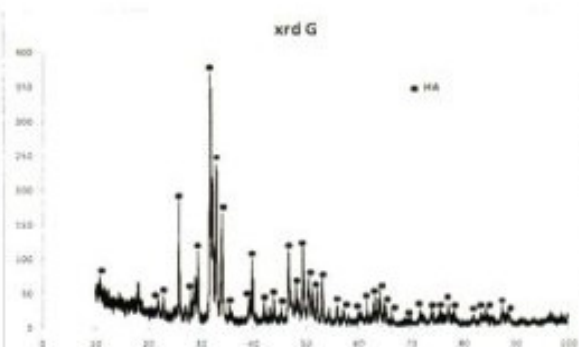
Gambar 6. Bone ash pH 8-9 kalsinasi 1000°C



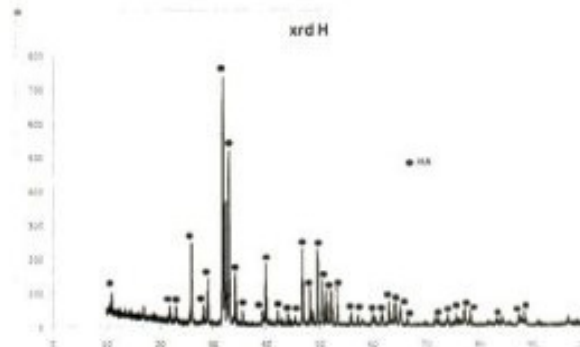
Gambar 4. Bone ash pH 8-9 kalsinasi 100°C



Gambar 7. Bone ash pH 10-11 kalsinasi 100°C



Gambar 8. Bone ash pH 10-11 kalsinasi 800°C

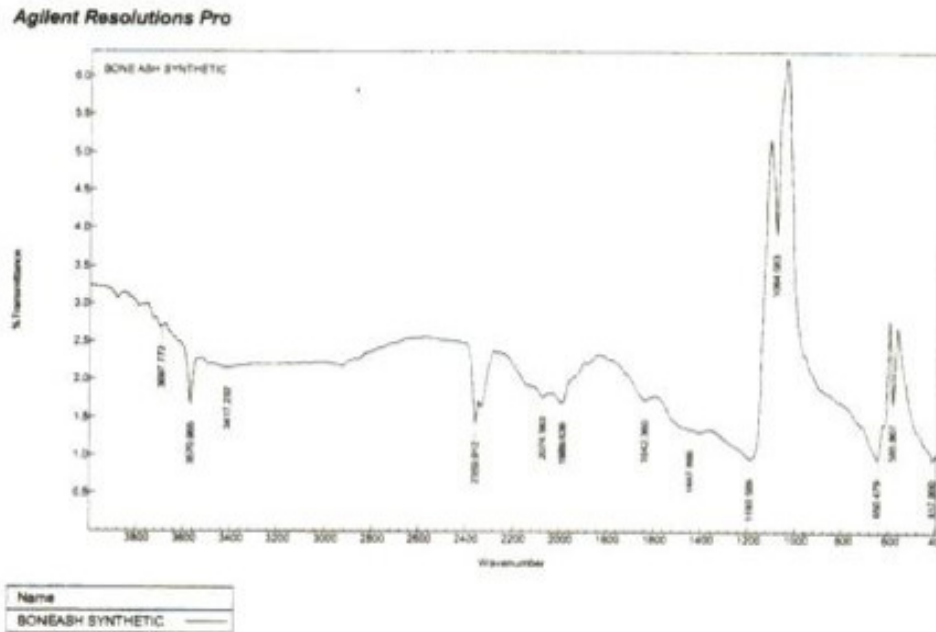


Gambar 9. Bone ash tulang sapi asli kalsinasi 950°C

3.3 Karakteristik Gugus Ikatan Kimia *Bone Ash Sintetik*

Berdasarkan analisis gugus fungsi *bone ash* sintetik (suhu kalsinasi 800°C) dengan FTIR dengan

jangkauan 400-4000 cm^{-1} terdapat 3 gugus ikatan ion yang terbentuk pada HA: (1) fosfat (PO_4^{2-}), (2) hidroksil (OH^-) dan karbonat (CO_3^{2-}), disamping gugus ikatan air bebasnya.



Gambar 10. Hasil Analisa FTIR

FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam molekul, dengan cara mengukur absorbansi vibrasi elektron terluar melalui radiasi unsur pada daerah 400-4000 cm^{-1} . Dari hasil spektroskopi FTIR pada *bone ash* sintetik mengidentifikasi adanya gugus fosfat (PO_4^{-3}), gugus karbonat (CO_3^{-2}), gugus hidroksil (OH). Terlihat pada **Gambar 10** terdapat puncak-puncak pada bilangan gelombang (*wave number*) 3570 cm^{-1} dan 2359 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur dari kisi ino OH-. Dan untuk lebar pita pada 3417 cm^{-1} dan 1642 cm^{-1} merupakan air yang diserap. Sedangkan pada bilangan gelombang 650 cm^{-1} menunjukkan mode defromasi dari O-H. Bilangan gelombang 417 cm^{-1} dan

1084 cm^{-1} merupakan karakteristik mode ulur gugus fosfat, sedangkan serapan pada bilangan gelombang 585 cm^{-1} memperlihatkan *bending vibration* gugus fosfat (PO_4^{-3}) [22] serapan pada bilangan gelombang 1447 cm^{-1} yang merupakan gugus karbonat (CO_3^{-2}). Kehadiran gugus tersebut adalah dari reaksi HAP dengan CO_2 yang terdapat dalam atmosfer pada saat sintesa dan perlakuan panas. CO_3^{-2} tidak dapat dikatakan buruk karena memang pada tulang manusia sendiri memiliki CO_3^{-2} yang merupakan substitusi PO_4^{-3} secara natural mengikuti persamaan $\text{Ca}_{10}(\text{CO}_3)_x(\text{PO}_4)_{6-(2/3)x}(\text{OH})_2$ atau yang biasa disebut dengan *Carbonated-Hydroxyapatite* [20]. Dari spektra terlihat bahwa gugus fosfat terdeteksi

paling dominan. Hasil ini menunjukkan HA yang sudah terbentuk, walaupun masih terdapat peak-peak lain yang disinyalir sebagai *impurities*.

IV. KESIMPULAN

4.1 Kesimpulan

Bone ash sintetik yang dihasilkan memiliki rasio Ca/P untuk tulang asli : 1,57, dengan menggunakan bahan kapur Cirebon : 1,47 dan kapur Padalarang : 1,64. Hasil XRD menunjukkan bahwa presipitasi dengan asam fosfat pH 8-9 dan pH 10-11 akan merubah CaO menjadi HA bila dikalsinasi sampai 800°C, dengan pucak-puncak difraksi sama dengan tulang asli yang dikalsinasi sampai 950°C.. Namun dari hasil FTIR ada 3 (tiga) gugus yang terbentuk yaitu (PO_4^{3-}), gugus karbonat (CO_3^{2-}), gugus hidroksil (OH), ini menunjukkan bone ash yang terbentuk meskipun didominasi oleh hidroksil apatit namun masih mengandung sejumlah kecil kalsit dan kalsium dihidroksida. Pembuatan bone ash dipengaruhi oleh suhu kalsinasi dan konsentrasi.

4.2 Saran

Teknologi proses pembuatan bone ash sintetik masih perlu disempurnakan agar hemat energi dan memberikan hasil bone ash yang optimal.

VI. DAFTAR PUSTAKA

1. Yin Zhang, Nianying Zhou, Wendali, JunLi, Shangjiu Nian, XiangyueLi, *Jianguang Sui, Fabrication and characterization of bone china using synthetic bone powder as raw materials*, *Ceramics International* 42 (2016) 14910–14917
2. Brahim Chafik El Idrissia, Khalid Yamnib, Ahmed Yacoubia, Asmae Massit, *A novel method to synthesize nanocrystalline hydroxyapatite: Characterization with x-ray diffraction and infrared spectroscopy*, *Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)* Volume 7, Issue 5 Ver. III. (May. 2014), PP 107-112
3. Feyza Ozgundogdu, *Bone China from Turkey*, *Ceramics TECHNICAL* No. 20 2005
4. Kai Ming Kian, *Reformulation of Fine Translucent Porcelain*, PhD thesis, University of Sheffield. 2001
5. Shekhar L. Pandharipande, Smita S. Sondawale, *Review on the characterization methods of Hydroxyapatite and its Bio-composites*, *International Journal of Science, Engineering and Technology Research (IJSETR)*, Volume 5, Issue 7, July 2016.
6. M. Enamul Hoque¹, Nurul Sakinah, Y. Leng Chuan, M.N.M. Ansari, *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Bioceramic*, *International Journal of Scientific Engineering and Technology (ISSN : 2277-1581)*, Volume No.3 Issue No.5, pp : 458-462

7. Prof. S.L.Pandharipande, Miss. Smita S. Sondawale, *Synthesis of Hydroxyapatite from egg shell and preparation of bone like Bio-composites using it*, International Journal of Advanced Information Science and Technology (IJAIST), Vol.5, No.8, August 2016.
8. M. Ahsan, A. H. Dewan, S. Mustafi and S. Ahmed, *Characterization of crystalline phases of bone ash*. Bangladesh J. Sci. Ind. Res. 47(3), 265-268,
9. Innocent J Macha, LS Ozyegin, Faik N Oktar and Besim Ben-Nissan, *Conversion of Ostrich Eggshells (Struthio camelus) to Calcium Phosphates*, Journal of The Australian Ceramic Society Volume 51[1], 2015, 125 – 133
10. Himanshu Khandelwal, Satya Prakash, *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Eggshell*, Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2016, 4, 119-126
11. S.Sasikumar and R.Vijayaraghavan, *Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite from Egg Shells*, by Combustion Method, Trend Biomater artif, Vol 19 (2), pp 71-73 (2006)
12. Alejandro Arboleda, Manuel Franco, Julio Caicedo, Liliana, *Synthesis and chemical and structural characterization of hydroxyapatite obtained from eggshell and tricalcium phosphate*, Ingeniería y Competitividad, Volumen 18, No. 1, p. 71 - 78 (2016)
13. Ahmed M. Saeed, Raaed A. Hassan ,Khalid M. Thajeel, *Synthesis of calcium hydroxyapatite powder from hen's eggshell*, Iraqi Journal of Physics, 2011 Vol. 9, No.16, PP. 24-28
14. Eric M. Rivera, Miguel Araiza, Witold Brostow, Victor M. Castano, J.R. Diaz-Estrada, R. Hernandez, J. Rogelio Rodriguez, *Synthesis of hydroxyapatite from eggshells*, Material Letter 1999.
15. P. Pankaew, E. Hoonnivathana, P. Limsuwan and K. Naenchanthara, *Temperature Effect on Calcium Phosphate Sythesized from Chicken Eggshells and Amonium Phosphate*, Journal of Apllied Sciences 10 (24): 3337-3342, 2010
16. Dewi Samita, *Sintesa Hidroksiapatit Dari Cangkang Keong Mas (Pomacea canalicula Lamarck) Melalui Metode Hidrotermal*, Jurnal Ristek Vol. III No. 2:129-135, Desember 2011.
17. Hortling A, Mannonen R, Räsänen J, *Bone China Of Lapland In Finland*, The 6th Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, June 20-24, Brighton Conference Centre, UK. Proceedings no 60 Vol. 2. 1999
18. Joko Sedyono dan Alva Edy Tontowi, *Proses Sintesis dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit Dari Gypsum Alam Kulon Progo*, <https://www.researchgate.net/publication/281650038>, January 2008
19. Jayachandran Venkatesan and Se Kwon Kim, *Effect of Temperature on Isolation and Characterization of Hydroxyapatite from Tuna (Thunnus obesus) Bone*, Materials 2010, 3, 4761-4772.

20. Bambang Sunendar Purwasamita dan Ramos Samuel Gultom, *Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapati Skala Sub-Mikron Menggunakan Metode Presipitasi*, Jurnal Bionatura, Vol. 10, No. 2, Juli 2008 : 155–167
21. Hossein Eslami, Mehran Solati-Hashjin, Mohammadreza Tahriri, *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Nanocrystals via Chemical Precipitation Technique*, Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences, 2008: 4(2): 127-134
22. Maisara S.M. Arsad, Pat M.Lee, Lee Kong Hung, *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Nanoparticles and β -TCP Particles*, 2nd International Conference on Biotechnology and Food Science IPCBEE vol.7 (2011)
23. Srđan D. Poštić, PhD, *X-Ray Diffraction Technique in the Analysis of Phases of Hydroxylapatite and Calcium Phosphate in a Human Jaw*, International Journal of BioMedicine 4(2)(2014) 109-113
24. Arunseshan Chandrasekar, Suresh Sagadevan and Arivuoli Dakshnamoorthy, *Synthesis and characterization of nano-hydroxyapatite (n-HAP) using the wet chemical technique*, International Journal of Physical Sciences, Vol. 8(32), pp. 1639-1645, 30 August, 2013
25. L. A. Carus, S. R. Bragança, *Investigation of Spodumene-bearing Rock as a Flux for Bone China Production*, Materials Research. 2013; 16(6): 1398-1404
26. Hamdzun Haron, *Characterisation of Local Bone Ash for Bone China Production*, Jurnal Teknologi - December 2013
27. Caroline M. Barbosa, Soraia R. Azeredo, Sheila M. F. M. de Souza and Ricardo and T. Lopes, *Study of Caprine Bones After Moist and Dry Heat Processes By X-Ray Diffraction*, International Nuclear Atlantic Conference - INAC 2013
28. K. Venkateswarlu, D. Sreekanth, M. Sandhyarani, V. Muthupandi, A. C. Bose, and N. Rameshbabu, *X-Ray Peak Profile Analysis of Nanostructured Hydroxyapatite and Fluorapatite*, International Journal of Bioscience, Biochemistry and Bioinformatics, Vol. 2, No. 6, November 2012
29. A.B Hazar Yoruc, A. Karakas, A. Koyun, and T. Yildiz, *Comparison of Properties of Hydroxyapatite Powders Synthesized by Chemical and Biomimetic Techniques*, Proceedings of the International Congress on Advances in Applied Physics and Materials Science, Antalya 2011
30. Balgies, Setia Utami Dewi, Kiagus Dahlan, *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Menggunakan Analisis X-ray Diffraction*, Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 8, Serpong, 4 Oktober 2011
31. Khelendra Agrawal, Gurbhinder Singh, Devendra Puri, Satya Prakash, *Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Powder by Sol-Gel Method for Biomedical Application*, Journal of Minerals & Materials

- Characterization & Engineering, Vol. 10, No.8, pp.727-734, 2011
32. Rozita Ahmad Ramli, Rohana Adnan, Mohamad Abu Bakar and Sam'an Malik Masudi, *Synthesis and Characterisation of Pure Nanoporous Hydroxyapatite*, Journal of Physical Science, Vol. 22(1), 25–37, 2011
 33. H. Eslami, M. Solati-Hashjin, M. Tahriri, F. Bakhshi, *Synthesis and characterization of nanocrystalline hydroxyapatite obtained by the wet chemical technique*, Materials Science-Poland, Vol. 28, No. 1, 2010
 34. Aida Elkayar, Yehia Elshazly and Mariana Assaad, *Properties of Hydroxyapatite from Bovine Teeth, Bone and Tissue Regeneration*, Insights 2009:2 31–36
 35. Sri Asliza M. A, Zaheruddin K, Shahrizal H, *Study The Properties Of Dense Hydroxyapatite Extract From Cow Bone*, Journal Of Nuclear And Related Technologies, Volume 6, No. 1, Special Edition, 2009
 36. Yeong Meng How, Shah Rizal Kasim, Hazizan Md Akil, Zainal Arifin Ahmad, *Effect of CaCO₃ Particle Size In Synthesis of B-TCP Powder*, Journal of Nuclear And Related Technologies, Volume 6, No. 1, Special Edition, 2009
 37. Dr. Kristin Breder, *Measurement of Crystallinity and Phase Composition of Hydroxyapatite by XRD*, VAMAS TWA#3 Project #14, St. Gobain, Northboro Massachusetts, USA, May 10, 2006.