

Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Tulang Ikan Gurame (*Osphronemus gouramy*) Menggunakan Metode Destruksi

Lilis Tuslinah¹, Diana Sri Zustika¹, Rafi Nurokhmat¹

¹Program Studi Farmasi, Universitas Bakti Tunas Husada, Tasikmalaya, Indonesia

*Corresponding author: ranurokhmat05@gmail.com

Abstract

Hydroxyapatite is an inorganic compound consisting of calcium and phosphorus with the chemical formula $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, which has great potential as a bone implant material. Its bioactive, biocompatible and osteoconductive properties make hydroxyapatite able to interact with bone tissue naturally. Gourami fish bone waste, which is rich in calcium oxide (CaO), can be used as an alternative source for hydroxyapatite production. This research utilizes the potential of gourami fish bone waste as raw material in the synthesis of hydroxyapatite for bone implant applications. CaO from gourami fish bones was isolated using the digestion method and then synthesized by adding 2 M phosphoric acid (H_3PO_4) stirred at a speed of 700 rpm at a temperature of 40°C for 1 hour. This research aims to determine the elemental composition, functional groups, compound phases and surface shape of the synthesized samples. The results of XRF analysis show a Ca/P ratio of 0.9 and the results of FTIR analysis indicate the presence of hydroxyl groups (OH), phosphate groups (PO_4) and carbonates (CO_3) which are functional groups of hydroxyapatites but based on the XRD diffraction pattern it shows that there is an angle difference of 2θ between gourami fish bone hydroxyapatite with the comparison hydroxyapatite. SEM analysis showed diverse particle distribution in the synthesized hydroxyapatite.

Keywords : Hydroxyapatite, destruction, calcium, osphronemus, fish

Abstrak

Hidroksiapatit merupakan sebuah senyawa anorganik yang terdiri dari kalsium dan fosfor dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, memiliki potensi besar sebagai bahan implant tulang. Sifat bioaktif, biokompatibel dan osteokonduktifnya membuat hidroksiapatit mampu berinteraksi dengan jaringan tulang secara alami. Limbah tulang ikan gurame yang kaya akan kalsium oksida (CaO), dapat digunakan sebagai sumber alternatif untuk produksi hidroksiapatit. Penelitian ini memanfaatkan potensi limbah tulang ikan gurame sebagai bahan baku dalam sintesis hidroksiapatit untuk aplikasi implant tulang. CaO dari tulang ikan gurame diisolasi menggunakan metode destruksi kemudian disintesis dengan penambahan asam fosfat (H_3PO_4) 2 M diaduk dengan kecepatan 700 rpm pada suhu 40°C selama 1 jam. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan komposisi unsur, gugus fungsi, fasa senyawa dan bentuk permukaan sampel yang disintesis. Hasil analisis XRF menunjukkan rasio Ca/P sebesar 0,9 dan hasil analisis FTIR mengindikasikan adanya gugus hidroksil (OH), gugus fosfat (PO_4) dan karbonat (CO_3) yang merupakan gugus fungsi hidroksiapatit namun berdasarkan pola difraksi XRD menunjukkan adanya perbedaan sudut 2θ antara hidroksiapatit tulang ikan gurame dengan hidroksiapatit pembandingnya. Analisis SEM menunjukkan distribusi partikel yang beragam pada hidroksiapatit yang disintesis.

Kata kunci : Hidroksiapatit, destruksi, karakterisasi, kalsium, ikan gurame

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) adalah senyawa kalsium fosfat yang membentuk kristal heksagonal dan sering digunakan dalam bidang biomaterial, secara kimia tidak mengandung karbon, berbeda dengan senyawa organik yang secara kimia kandungan mineralnya sama dengan tulang dan gigi manusia. Struktur hidroksiapatit bersifat kristalin dengan parameter $a=b\neq c$ dan $\alpha=\beta=90^\circ$ dan $\gamma = 120^\circ$ yang menunjukkan bahwa kristal hidroksiapatit berbentuk heksagonal dan monoklinik dengan komposisi stoikiometrik rasio Ca/P adalah 1.67 (Mangkuasih & Rohmawati, 2021).

Struktur hidroksiapatit sintetis yang dipengaruhi oleh porositas, ukuran butir, dan kemurnian, serta variasi metode sintesis, berakibat pada perbedaan sifat mekanik yang dihasilkan (Murzid et al., 2023). Perbandingan kalsium terhadap fosfor (Ca/P) sangat penting untuk menentukan kekuatan dan sifat mekanik hidroksiapatit. Nilai perbandingan 1,67 dianggap paling ideal (Agusriyadin et al., 2023).

Hidroksiapatit, yang memiliki sifat biokompatibilitas tinggi, memungkinkan material ini terintegrasi dengan jaringan tubuh tanpa memicu respon imun. Sifat bioaktivitasnya memungkinkan pembentukan ikatan kimia langsung dengan tulang melalui proses pembentukan lapisan apatit biologis. Selain itu, sifat osteokonduktifnya merangsang pertumbuhan dan regenerasi jaringan tulang baru, menjadikan hidroksiapatit sebagai material implan tulang yang sangat menjanjikan (Agusriyadin et al., 2023).

Hidroksiapatit memiliki biokompatibilitas yang tinggi, ditandai dengan kelarutan yang rendah dan kemampuan menginduksi pembentukan tulang. Sifat-sifat ini menjadi persyaratan penting bagi bahan implan. Adanya hidroksiapatit akan meminimalisir pembentukan jaringan ikat di sekitar implant dan mendorong pembentukan ikatan langsung dengan tulang inang melalui proses osteogenesis. Selain itu, hidroksiapatit juga dapat bertransformasi menjadi karbonat apatit

di dalam tubuh, sehingga meningkatkan fiksasi implan (Akbar et al., 2021).

Limbah tulang ikan, seperti tulang ikan patin, lamuru, dan tuna, merupakan sumber potensial hidroksiapatit. Kandungan kalsium oksida (CaO) yang tinggi (62,31%) dan fosfor pentoksida (P_2O_5) yang cukup (37,46%) pada tulang ikan menjadikan limbah ini sebagai bahan baku yang baik untuk sintesis hidroksiapatit (Mangkuasih & Rohmawati, 2021).

Terdapat beragam teknik yang dapat diaplikasikan dalam sintesis hidroksiapatit dari tulang ikan, antara lain metode sol-gel, solid solution, dan destruksi (Afriani et al., 2020). Metode sintesis yang bervariasi akan menghasilkan hidroksiapatit dengan karakteristik ukuran yang bervariasi dan keseragaman partikel. Penelitian sebelumnya mengenai topik ini telah dilakukan oleh (Amalia et al., 2018) Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan menghaluskan limbah tulang ikan dan sapi. Senyawa hasil sintesis berikutnya diuji menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi khas hidroksiapatit dan difraksi sinar-X (XRD) untuk karakterisasi struktur kristal menginterpretasikan adanya sudut 2θ 25,867; 31,765; 32,183; 32,899; 39,794; 46,687 dan fasa yang terbentuk adalah hidroksiapatit.

Metode destruksi merupakan yang dianggap lebih efisien karena kemudahan pelaksanaan reaksi kimia dan diperolehnya partikel dengan karakteristik fisik yang cukup baik (Afriani et al., 2020). Penelitian ini bertujuan menghasilkan hidroksiapatit murni dari tulang ikan gurame melalui proses perombakan kimia. Hasil yang diharapkan adalah sampel hidroksiapatit yang berkualitas tinggi, dengan struktur kristal dan komposisi kimia yang sesuai dengan standar.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan bahan yang digunakan yaitu tulang ikan gurame dari pasar Cikurubuk Tasikmalaya, Aqua Demineral (Amidis), Na-EDTA (Merck), ZnSO_4 (Merck), Murexide (Loba Chemie), H_3PO_4 (Merck).

Alat

Hot Plate Stirrer (Thermo Scientific), Oven (B-One), Beaker Glass (Pyrex), Erlenmeyer (Pyrex), Labu Ukur (Pyrex), Pipet Volume (Pyrex), Pipet Tetes (OneMed), Spatulla (Sellaco), FTIR (Agilent Carry 630) XRD (Rigaku), XRF (Rigaku).

Isolasi CaO Tulang Ikan Gurame

Rendam tulang ikan gurame pada larutan NaOH 0,1 M dengan rasio 1 : 5 (b/v) dan diaduk menggunakan magnetic stirrer kecepatan 150 rpm selama 2 jam. Proses dilanjutkan dengan pada suhu selama 3 jam, lalu di destruksi menggunakan tanur pada suhu 300°C (Mangkuasih & Rohmawati, 2021).

Penetapan Kadar CaO

Timbang CaO 0.5 gram dan larutkan dalam HCl pekat, saring larutan hasil reaksi kemudian dipindahkan ke dalam labu volumetrik 100 mL dan diencerkan sampai tanda tera. Pipet 10 mL larutan sampel ke dalam erlenmeyer, tambahkan 3 mL larutan buffer salmiak cek pH 10, tambahkan indikator murexide seujung spatula. Kemudian titrasi menggunakan NaEDTA 0,053 sampai warnanya berubah dari ungu menjadi merah muda (Adriani, 2022).

Sintesis Hidroksiapatit

Kalsium oksida ditimbang sebanyak 10 gram dan masukkan ke dalam gelas kimia 500 mL. Tambahkan aqua demineral 100 mL lalu aduk menggunakan hot plate stirrer kecepatan 700 rpm selama 1 jam dalam suhu 40°C. Tambahkan larutan asam fosfat 2 M sebanyak 125 mL dengan laju alir volumetrik 1 mL/menit. Diamkan sampai terbentuk endapan lalu oven pada suhu 40°C selama 3 jam.

Karakterisasi Hidroksiapatit

Karakterisasi hidroksiapatit dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, morfologi permukaan, atau komposisi kimianya menggunakan FTIR (Agilent Carry 630), XRD (Rigaku) dan XRF (Rigaku).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi CaO Tulang Ikan Gurame



Gambar 1. CaO Tulang Ikan Gurame

Proses isolasi hidroksiapatit dari tulang ikan gurame dilakukan dengan cara destruksi pada suhu 300°C. Pada awal pemanasan, kelembapan yang tersisa dari serbuk tulang ikan gurame akan menguap. Proses ini umumnya terjadi pada suhu dibawah 100°C. Setelah semua air menguap, suhu sampel mulai meningkat sampai pada suhu 300°C. Gambar 1 menunjukkan pada suhu 200°C – 300°C bahan organik ini terdekomposisi menjadi kalsium oksida dan uap air sehingga terjadi perubahan warna serbuk dari putih menjadi putih tulang.

Penetapan Kadar CaO

Penetapan kadar CaO dilakukan dengan titrasi kompleksometri berikut hasil yang diperoleh seperti pada tabel dibawah ini

Tabel 1. Hasil Titrasi Penetapan Kadar CaO

Percobaan Titrasi	Volume (mL)	Kadar CaO
1	11,2	67,4%
2	11,3	
3	11,8	
4	11,3	
5	11,2	
Rata - rata	11,3	

Titrasi kompleksometri merupakan metode titrasi yang digunakan untuk pembentukan senyawa kompleks pada penetapan kadar CaO dengan larutan Na-EDTA menggunakan indikator murexide. Sebelum dititrasi lon kalsium akan berikatan dengan indikator murexide dan pada saat dititrasi Na-EDTA akan membentuk kompleks Ca-EDTA sehingga indikator murexide dalam keadaan bebas.

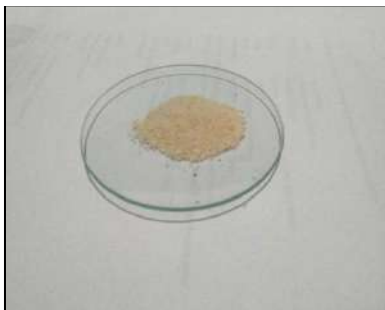
Titik akhir titrasi kompleksometri dengan NaEDTA ditandai oleh perubahan warna. Perubahan warna yang terjadi merupakan

indikasi bahwa reaksi antara NaEDTA dan ion Ca^{2+} telah selesai. Murexide yang berubah warna menjadi ungu menunjukkan tidak ada lagi ion Ca^{2+} yang tersisa untuk bereaksi dengan NaEDTA (Oguu & Ratman, 2022).

Sintesis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit dari tulang ikan gurame disintesis dengan penambahan asam fosfat 2 M sebanyak 125 mL dengan laju alir 1 mL/menit sambil diaduk menggunakan hot plate stirrer. Setelah penambahan asam fosfat, dilakukan proses pemanasan endapan selama satu periode 24 jam menggunakan oven pada suhu 40°C selama 3 jam.

Hasil sintesis diperoleh serbuk hidroksiapatit berwarna putih kekuningan karena pengaruh oksidasi asam fosfat pada saat dipanaskan. Berikut hasil sintesis hidroksiapatit tulang ikan gurame.



Gambar 2. Sintesis HA Gurame

Hasil Karakterisasi XRF

Berdasarkan hasil analisis XRF, hidroksiapatit yang diperoleh dari gurame mengandung beberapa jenis senyawa. Kandungan unsur-unsur penyusun HA gurame secara lengkap disajikan dalam tabel berikut.

Tabel 2. Kandungan Unsur HA Gurame

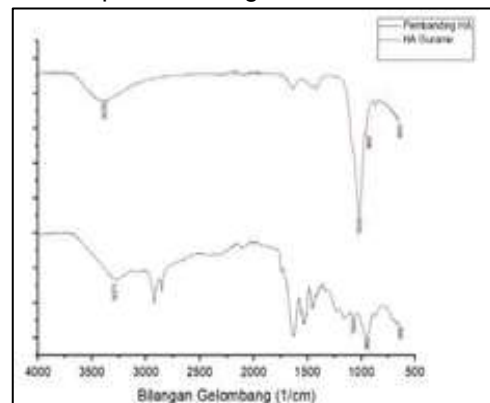
Unsur	Massa %
Na	0,282
Mg	0,0908
Al	0,0846
Si	0,182
P	45,9
S	6,79
K	0,00593
Ca	45,8
Fe	0,841

Ti	0,0000
Mn	0,0200
Ca/P	0,9

Tabel 2 merupakan unsur – unsur yang terdapat pada sampel hidroksiapatit yang disintesis, kalsium dan fosfor mendominasi dibandingkan unsur lainnya. Menurut ISO 13779 – 2 standar rasio Ca/P sebesar 1,67 sedangkan rasio pada hidroksiapatit sintesis yang diperoleh adalah 0,9, yang berada di bawah nilai teoritis. Penyimpangan ini dapat dikaitkan dengan keberadaan senyawa pengotor dan ketidaksempurnaan reaksi sintesis, yang menyebabkan pembentukan fase-fase samping selain hidroksiapatit (Rasmiyanti et al., 2022).

Hasil Karakterisasi FTIR

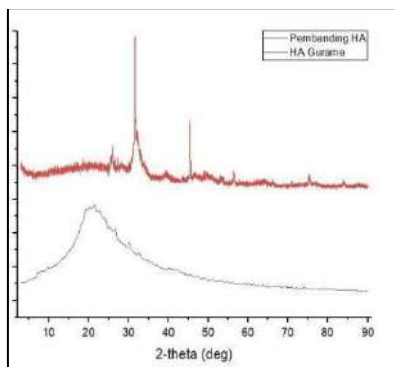
Hasil karakterisasi sintesis HA Gurame dalam jangkauan panjang gelombang 4000 cm^{-1} – 600 cm^{-1} dapat dilihat pada Gambar 3. Spektrum hidroksiapatit menunjukkan adanya tiga gugus fungsi yang memberikan karakteristik pada molekul fosfat (PO_4^{3-}), hidroksil (OH^{-1}), dan karbonat (CO_3^{2-}). Intensitas serapan tertinggi teramati pada gugus hidroksil yang mengindikasikan keberadaan ikatan O-H pada jangkauan $3277 - 1637\text{ cm}^{-1}$. Gugus fosfat ditandai dengan vibrasi ulur P-O, muncul pada rentang $1062 - 652\text{ cm}^{-1}$. Gugus karbonat terdeteksi pada rentang $1408 - 1340\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 3. Hasil FTIR HA Gurame dan HA Pemanding

Hasil Karakterisasi XRD

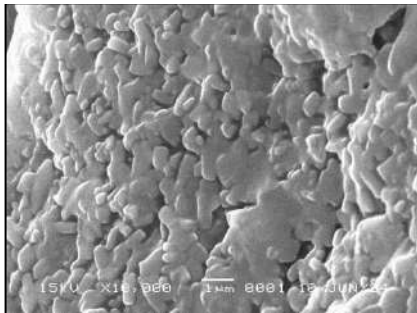
Hasil karakterisasi XRD HA Gurame dilampirkan pada Gambar 4. Analisis data kualitatif dengan perangkat lunak Match menunjukkan bahwa sampel hasil sintesis tidak menunjukkan fasa hidroksiapatit. Hasil difraktogram HA Gurame hanya terdapat 2 sudut puncak saja yaitu pada sudut 2θ 20.13 berupa senyawa *Calcium Hydrogenphosphite Monohydrate* dan sudut 2θ 30.13 berupa senyawa *Parafransoletite* (gambar 4.)



Gambar 4. Hasil XRD HA Gurame dan HA Pembanding

Karakterisasi SEM

Hasil sintesis hidroksiapatit tulang ikan gurame memiliki distribusi partikel yang beragam dan masih terdapat butiran yang tidak merata. Temuan ini menunjukkan bahwa ukuran dan bentuk partikel hidroksiapatit memiliki variasi yang cukup signifikan.



Gambar 5. Bentuk Permukaan HA Gurame

Ketidakteragaman butiran dapat memengaruhi konsistensi sifat material dan perlu dioptimalkan dalam proses sintesis untuk mendapatkan kualitas hidroksiapatit yang lebih homogeny. Adapun hidroksiapatit yang terbentuk dibawah 900°C memiliki morfologi

polimorf berbentuk jarum dan batang (Afriani et al., 2020).

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian tentang hidroksiapatit tulang ikan gurame, dapat disimpulkan bahwa gurame tidak dapat mencapai nilai standar. Hasil FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi utama hidroksiapatit namun rasio Ca/P dari HA Gurame berdasarkan hasil XRF kurang dari standarnya dan nilai sudut 2θ HA Gurame tidak sama dengan nilai sudut 2θ HA Pembanding sehingga fasa yang terbentuk bukan kristal namun polimorf dan analisis bentuk permukaan hidroksiapatit gurame setelah dilakukan pengujian SEM terdapat distribusi partikel yang tidak merata.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Laboratorium Kimia dan berbagai pihak dari Universitas Bakti Tunas Husada Tasikmalaya yang telah memberikan dukungan dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Adriani, A. (2022). Penetapan Kadar Kalsium Pada Ikan Tongkol Segar Dan Asap Secara Kompleksometri. *Jurnal Sains Dan Kesehatan Darussalam*, 2(1), 35–41. <https://doi.org/10.56690/jskd.v2i1.37>
- Afriani, F., Siswoyo, Amelia, R., Hudatwi, M., Zaitun, & Tiandho, Y. (2020). Hydroxyapatite from natural sources: Methods and its characteristics. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 599(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/599/1/012055>
- Agusriyadin, Fahmiati, Faradissa, Armid, & Laode A. Kadir. (2023). Studi Sitoksisitas dan Sifat Mekanik Nano Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Pokea (*Batissa violacea* var. *celebensis*, von Martens 1897). *Journal of Biological Research*, 10(2), 64–73.
- Akbar, A. F., 'Aini, F. Q., Nugroho, B., & Cahyaningrum, S. E. (2021). SINTESIS DAN KARAKTERISASI

- HIDROKSIAPATIT TULANG IKAN
BAUNG (*Hemibagrus nemurus* sp.)
SEBAGAI KANDIDAT IMPLAN TULANG.
Jurnal Kimia Riset, 6(2), 93.
<https://doi.org/10.20473/jkr.v6i2.30695>
- Angga Bagas Wijanarko, & Mochamad Arif
Irfa'i. (2023). Studi Temperatur
Hidrotermal Pada Sintesis Hidroksiapatit
Yang Berasal Dari Tulang Sapi Untuk
Aplikasi Biomaterial. *Jtm*, 12(01), 1–6.
- Asril, A., & Rahayuningsih, J. (2020). Sintesis
Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Patin
melalui Metode Presipitasi. *ALKIMIA :
Jurnal Ilmu Kimia Dan Terapan*, 4(1), 12–
16.
[https://doi.org/10.19109/alkimia.v4i1.463
3](https://doi.org/10.19109/alkimia.v4i1.4633)
- Burhan, Suherman, P. H. A. (2021). Media
Eksakta. *Available*, 17(1), 46–51.
- Manguasih, S. M., & Rohmawati, L. (2021).
Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Ikan
Sapu-Sapu (*Hypostomus plecostomus*)
dengan Metode Presipitasi. *Jurnal Teori
Dan Aplikasi Fisika*, 9(2), 229.
<https://doi.org/10.23960/jtaf.v9i2.2818>
- Murzid, J. Q., Suharta, W. G., Spardi, I. W.,
Suardana, P., Kasmawan, I. G. A.,
Artawan, I. N., & Prajitno, D. H. (2023).
Pengaruh Variasi Suhu Sintering
Terhadap Struktur Kristalin Hidroksiapatit
Tulang Iga Sapi. *Kappa Journal*, 7(2),
336–342.
<https://doi.org/10.29408/kpj.v7i2.20840>
- Nikmah, A., & Kurniawan, R. (2024). Sintesis
Hydroxyapatite Nanoparticle dari Limbah
Cangkang Bekicot dan Aktivitas
Antibakterinya sebagai Kandidat Material
Biomedis. *Jurnal Sains Dan Edukasi
Sains*, 7(1), 23–28.
<https://doi.org/10.24246/juses.v7i1p23-28>
- Siswoyo, S., Kumalasari, K., Wulan, S., &
Afriani, F. (2020). Fabrikasi Perancah
Berpori Hidroksiapatit dari Tulang Ikan
Tenggiri dengan Alginat Sebagai Binder
Alami: Sebuah Kajian Naratif. *Jurnal
Pendidikan Fisika Dan Sains (JPFS)*,
3(2), 35–42.
<https://doi.org/10.52188/jpfs.v3i2.82>