

OPEN
ACCESS

Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Patin (*Pangasius Nasutus*) Melalui Metode Presipitasi

Asregi Asril^{a*} dan Jumriana Rahayuningsih^a

Abstract. Catfish (*Pangasius Nasutus*) bones have been successfully synthesized into hydroxyapatite through the precipitation method. Catfish bone used because it will produce hydroxyapatite that is more biocompatible with bone. The model used is a laboratory experiment through the method of precipitation which synthesizes the bones of catfish that have been calcined with nitric acid, aquades, ammonium hydroxide, and diammonium hydrogen phosphate to produce hydroxyapatite products. The FTIR results show that there are hydroxyapatite constituent groups at their peak. XRD shows that the product produced is indeed hydroxyapatite because it complies with the standards of the ICCS. The results of SEM showed there is an agglomeration of the product produced due to the precipitation method itself.

Keywords : catfish bone, hydroxyapatite, synthesis

^aChemical Education Department, Faculty of Tarbiya and Teacher Training Islamic University of Kuantan Singingi, Kuantan Singingi 29566, Indonesia.

Correspondence and requests for materials should be addressed to Asril, A. (email : asregi.asril@gmail.com)

Pendahuluan

Biomaterial telah menjadi perbincangan hangat bagi para peneliti material sains. Biomaterial ini mampu membangkitkan berbagai potensi pada beberapa jaringan tubuh [1-3]. Berbagai biomaterial telah diteliti dan dikembangkan termasuk hidroksiapatit. Hidroksiapatit menjadi menarik karena memiliki biokompatibilitas dan kemampuan untuk mengikat jaringan hidup sehingga memiliki aplikasi yang signifikan di bidang biomedis[4][5].

Sumber hidroksiapatit telah digunakan dengan berbagai sumber yang mengandung kalsium seperti: sisik ikan [6], batu kapur [7][8], membran cangkang telur [9], gigi sapi [10], tulang sapi [11], dan tulang ikan [12]. Ketersediaan hidroksiapatit menjadi masalah utama bagi dokter gigi sebagai pengguna utama biomaterial ini. Hidroksiapatit selama ini masih diimpor dengan pasaran satu juta rupiah per gram [13].

Sebagai sumber kalsium dari hidroksiapatit akan digunakan limbah tulang ikan patin. Provinsi Riau, khususnya di sepanjang aliran Batang Kuantan, Kabupaten Kuantan Singingi umumnya merupakan salah satu sentra pengembangan komoditas ikan patin di Indonesia, sehingga memiliki ketersediaan tulang patin yang baik [14]. Tulang ikan patin selama ini hanya merupakan limbah dari hasil pengolahan ikan patin baik skala rumah tangga maupun industri. Selain sumber yang banyak tulang ikan patin juga memiliki kandungan kalsium yang tinggi yakni 264.53 (mg/g b/b) tulang ikan [15]. Tulang ikan Patin digunakan karena akan menghasilkan hidroksiapatit yang lebih biokompatibel dengan tulang. Sedangkan sumber fosfat untuk hidroksiapatit berasal dari diammonium hidrogen fosfat.

Agar dapat berukuran nanopartikel, hidroksiapatit akan disintesis dengan metode seperti ultrasonic [8], spray drying [11], hidrotermal [16], dan sol gel [7] sedangkan pada penelitian ini akan dilakukan dengan metode presipitasi. Karakterisasi dilakukan dengan 3 karakterisasi yaitu Fourier Transform Infrared (FTIR) untuk melihat gugus fungsi penyusun hidroksiapatit, X-Ray Diffraction (XRD) untuk menentukan ukuran kristal dan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui morfologi kristal. Hipotesis dari penelitian ini adalah terbentuknya hidroksiapatit dari tulang ikan patin melalui metode presipitasi.

Metode Penelitian

Alat dan Bahan. Adapun alat-alat yang disiapkan antara lain Magnetic Stirrer, pH meter, Fourier Transform Infrared (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), dan Scanning Electron Microscopy (SEM). Bahan yang digunakan adalah tulang ikan patin, asam nitrat (HNO_3 (Merck)), aquades, diammonium hidrogen pospat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (Merck)), dan ammonium hidroksida (NH_4OH (Merck)).

Cara Kerja. Tulang ikan patin yang didapatkan dijemur di bawah sinar matahari dan digiling dengan mortar. Tulang yang telah halus dikalsinasi pada 900°C selama ± 5 jam. Sebanyak 1,68 g sampel hasil kalsinasi berupa CaO dilarutkan ke dalam 30 mL HNO_3 2 M sambil distirer selama 30 menit dengan kecepatan 700 rpm pada 65°C , kemudian disaring. Filtrat dititrasi dengan 30 mL $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 0,6 M sambil distirer pada kecepatan 700 rpm 90 menit dengan ratio Ca/P sebesar 1,67. pH larutan diatur dengan penambahan NH_4OH dengan pH 8. Larutan kemudian diperlakukan secara presipitasi selama 24 jam. Endapan hasil presipitasi kemudian dikeringkan pada oven selama 3 jam pada 110°C . Hidroksiapatit didapatkan setelah dipanaskan pada 800°C selama 5 jam. Powders yang didapatkan kemudian dikarakterisasi dengan FTIR, XRD dan SEM.

Untuk ukuran partikel dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer[17]:

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

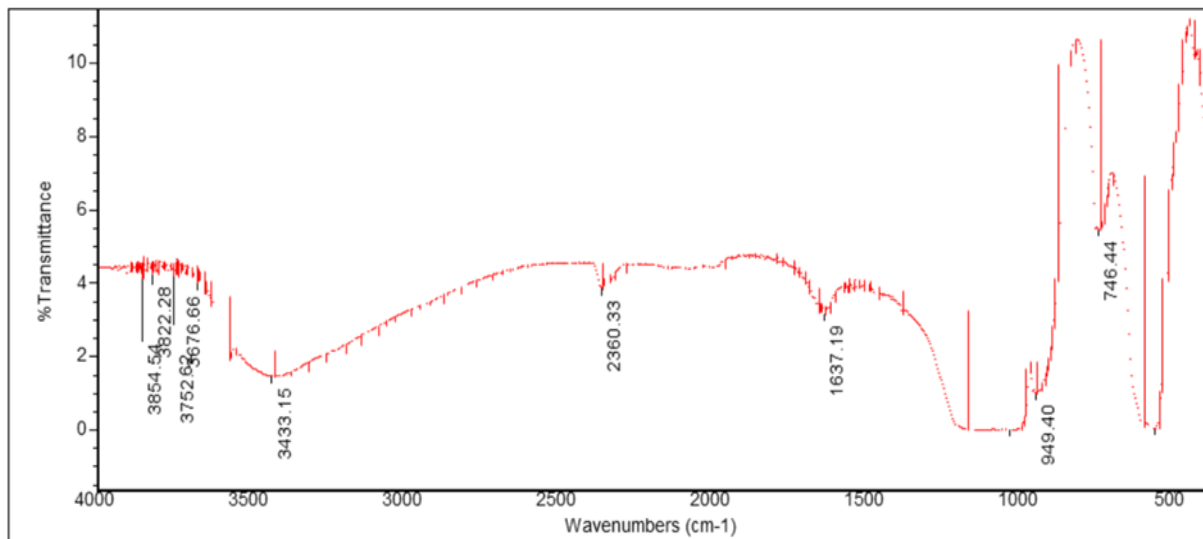
Hasil dan Diskusi

Hidroksiapatit telah berhasil disintesis dari Tulang ikan patin melalui metode presipitasi. Warna putih yang terlihat menandakan terbentuknya hidroksiapatit.

Dari analisis FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi penyusun hidroksiapatit yang telah disintesis. FTIR dapat memberikan penilaian secara tidak langsung Ca/P [18]. Karena hidroksiapatit merupakan salah satu jenis inorganic polymer, maka puncak-puncak yang terbentuk tidak terlalu tajam seperti yang ada pada senyawa organik.

Hidroksiapatit ditandai dengan adanya pita serapan gugus pospat (PO_4^{3-}) yang ditandai pada pita serapan pada 1034 cm^{-1} [19]. Hasil FTIR dapat dilihat pada Gambar 1.

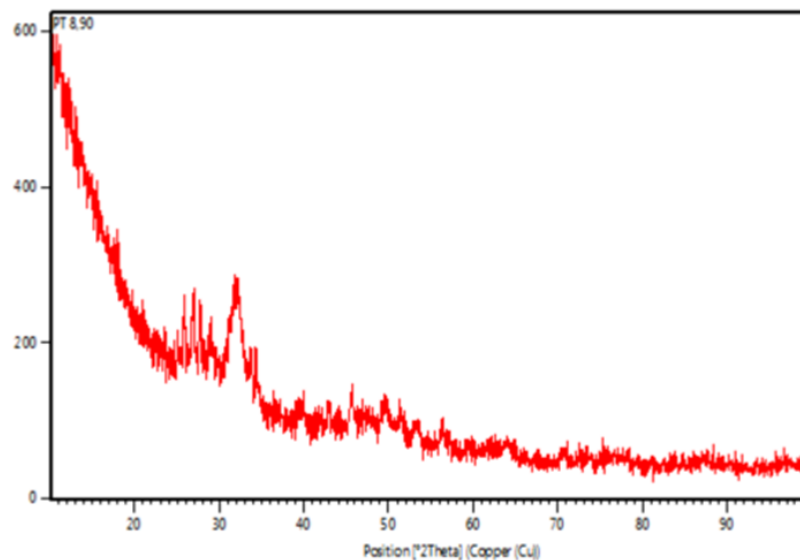
Analisis XRD digunakan untuk mengetahui apakah



Gambar 1. Spektrum FTIR hidroksiapatit.

kristal hidroksiapatit yang terbentuk amorf atau kristal. XRD dapat juga digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dari hidroksiapatit. Untuk ukuran partikel dihitung dengan menggunakan

5.000 dapat dilihat pada Gambar 3.



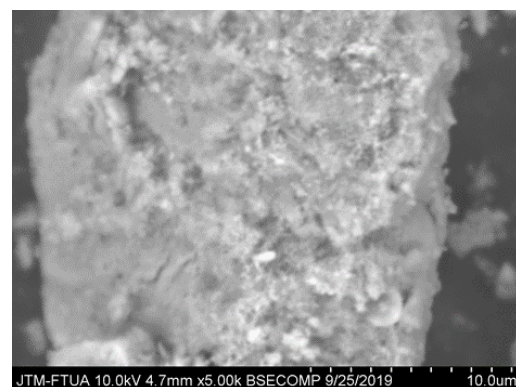
Gambar 2. Difraktogram hidroksiapatit

persamaan Scherrer (1) [20][21].

Spektrum XRD hidroksiapatit dengan dapat dilihat pada Gambar 2. Hidroksiapatit yang dihasilkan memiliki ukuran yang cukup besar yakni 43.47 nm.

Dari hasil karakterisasi SEM didapatkan bahwa hidroksiapatit yang telah disintesis mengalami cukup banyak penggumpalan. Penggumpalan yang terjadi yang mengakibatkan partikel hidroksiapatit tidak tersebar merata karena proses pengadukan molekul tidak terbentuk sempurna sehingga partikel-partikelnya berkumpul.

Hasil SEM dari hidroksiapatit dengan perbesaran



Gambar 3. Hasil SEM hidroksiapatit

Kesimpulan

Berdasarkan analisis yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa sintesis yang dilakukan merupakan hidroksiapatit baik dari segi tampilan ataupun karakterisasinya. Warna putih yang ada pada produk hasil sintesis yang putih menunjukkan bahwa produk merupakan hidroksiapatit. Analisis FTIR juga menunjukkan bahwa terbentuk hidroksiapatit. Analisis XRD menunjukkan bahwa hidroksiapatit memiliki kristal yang berukuran nano yaitu 43,47 nm. Hasil SEM menunjukkan bahwa hidroksiapatit yang telah terbentuk mengalami cukup banyak gumpalan.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Pendidikan Republik Indonesia. Penelitian ini telah didukung oleh Ristekdikti dalam skema Hibah Penelitian Dosen Pemula (PDP) 2018.

Daftar Pustaka

- [1] Ajioka, I. Biomaterial-engineering and neurobiological approaches for regenerating the injured cerebral cortex. *Reg Ther.* **3.** 63–67. (2016). DOI: [10.1016/j.reth.2016.02.002](https://doi.org/10.1016/j.reth.2016.02.002).
- [2] Rahyussalim, A. J., Ivansyah, M.D., Nugroho, A., Wikanjaya, R., Canintika, A. F. & Kurniawati, T. Vertebral body defects treated with umbilical-cord mesenchymal stem cells combined with hydroxyapatite scaffolds: The first case report. *Int J Surg Case Rep.* **66.** 304–308. (2020). DOI: [10.1016/j.ijscr.2019.12.002](https://doi.org/10.1016/j.ijscr.2019.12.002).
- [3] Chen, G., Yin, M., Liu, W., Xin, B., Bai, G. & Wang, J. A Novel Height-Adjustable Nano-Hydroxyapatite/Polyamide-66 Vertebral Body for Reconstruction of Thoracolumbar Structural Stability After Spinal Tumor Resection. *World Neurosurg.* **122.** 206–214. (2019). DOI: [10.1016/j.wneu.2018.09.213](https://doi.org/10.1016/j.wneu.2018.09.213).
- [4] Bakhtiari, L., Javadpour, J., Rezaie, H. R., Erfan, M. & Shokrgozar, M. A. The effect of swelling agent on the pore characteristics of mesoporous hydroxyapatite nanoparticles. *Prog Nat Sci Mater Int.* **25.** 185–190. (2019). DOI: [10.1016/j.pnsc.2015.06.005](https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2015.06.005).
- [5] Sridevi, S., Ramya, S., Akshaikumar, K., Kavitha, L., Manoravi, P. & Gopi, D. Fabrication of zinc substituted hydroxyapatite/cellulose nano crystals biocomposite from biowaste materials for biomedical applications. *Mater Today Proc.* **1.** 1-5. (2019). DOI: [10.1016/j.matpr.2019.08.204](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.204).
- [6] Mondal, S., Mondal, B., Dey, A. & Mukhopadhyay, S. S. Studies on Processing and Characterization of Hydroxyapatite Biomaterials from Different Bio Wastes. *J Miner Mater Charact Eng.* **11.** 55–67. (2012). DOI: [10.4236/jmmce.2012.111005](https://doi.org/10.4236/jmmce.2012.111005).
- [7] Sari, T.P., Jamarun, N., Darajat, S., Azharman, Z. & Asril, A. Effect of mixing temperature on the synthesis of hydroxyapatite by sol-gel method. *Orient J Chem.* **30.** 1799–804. (2014). DOI: [10.13005/ojc/300440](https://doi.org/10.13005/ojc/300440).
- [8] Klinkaewnarong, J. & Utara, S. Ultrasonic-assisted conversion of limestone into needle-like hydroxyapatite nanoparticles. *Ultrason Sonochem.* **46.** 18–25. (2018). DOI: [10.1016/j.ultsonch.2018.04.002](https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.04.002).
- [9] Zhang Y, Liu Y, Ji X, Banks CE, Song J. Flower-like agglomerates of hydroxyapatite crystals formed on an egg-shell membrane. *Coll Surf B Bioint.* **82.** 490–496. (2011). DOI: [10.1016/j.colsurfb.2010.10.006](https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2010.10.006).
- [10] Elkayar, A., Elshazly, Y. & Assaad, M. Properties of Hydroxyapatite from Bovine Teeth. *Bone Tiss Reg Ins.* **2.** 31-36. (2009). DOI: [10.4137/btri.s3728](https://doi.org/10.4137/btri.s3728).
- [11] Kusriani, E., Pudjiastuti, A. R., Astuningsih, S. & Harjanto, S. Preparation of Hydroxyapatite from Bovine Bone by Combination Methods of Ultrasonic and Spray Drying. *Int Conf Chem Bio-Chemical Environ Sci.* **1.** 47–51. (2012).
- [12] Nam, P. V., Hoa, N. Van. & Trung, T. S. Proper-

- ties of hydroxyapatites prepared from different fish bones: A comparative study. *Ceram Int.* **45**. 47-51. (2019). DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.06.280](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.06.280).
- [13] Fahimah, A., Wathi, D., Wardhani, S., Khunur, M. M. & Hasil, C. Pengaruh Perbandingan Massa Ca:P Terhadap Sintesis Hidroksiapatit Tulang Sapi Dengan Metode Kering. *J Ilmu Kim Univ Brawijaya.* **1**. 196–202. (2014).
- [14] Hayandani, S., Firdaus, M. & Rindayati, W. Daya Saing Usaha Budi Daya Ikan Patin di Kabupaten Indragiri Hulu Provinsi Riau. *J Manaj Agribisnis.* **10**. 137–45. (2014). DOI: [10.17358/jma.10.3.137-145](https://doi.org/10.17358/jma.10.3.137-145).
- [15] Susanto, A. T. & Widyaningrum, T. Pengaruh Komposisi Campuran Tepung Tulang Ikan Patin (*Pangasius pangasius*) dan Pelet Terhadap Pertumbuhan dan Kadar Protein Ikan Lele (*Clarias sp.*). *Jur Bioedukatika.* **1**. 85-91. (2013). DOI: [10.26555/bioedukatika.v1i1.4097](https://doi.org/10.26555/bioedukatika.v1i1.4097).
- [16] Jamarun, N., Azharman, Z., Arief, S., Sari, T.P., Asril, A. & Elfina, S. Effect of temperature on synthesis of hydroxyapatite from limestone. *Rasayan J Chem.* **8**. 133–137. (2015).
- [17] Azis, Y., Jamarun, N., Arief, S. & Nur, H. Facile synthesis of hydroxyapatite particles from cockle shells (*Anadara granosa*) by hydrothermal method. *Orient J Chem.* **31**. 1099-1105. (2015). DOI: [10.13005/ojc/310261](https://doi.org/10.13005/ojc/310261).
- [18] Berzina-Cimdina, L. & Borodajenko, N. Research of Calcium Phosphates Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology.* **12**. 251-263. (2012). DOI: [10.5772/36942](https://doi.org/10.5772/36942).
- [19] Sroka-Bartnicka, A., Borkowski, L., Ginalska, G., Ślósarczyk, A. & Kazarian, S. G. Structural transformation of synthetic hydroxyapatite under simulated in vivo conditions studied with ATR-FTIR spectroscopic imaging. *Spectrochim Acta - Part A Mol Biomol Spectrosc.* **171**. 155–61. (2017). DOI: [10.1016/j.saa.2016.07.051](https://doi.org/10.1016/j.saa.2016.07.051).
- [20] Amrulloh, H., Simanjutak, W., Situmeang, R. T. M., Sagala, S. L., Bramawanto, R. & Nahrowi, R. Effect of Dilution and Electrolysis Time on Recovery of Mg^{2+} As $Mg(OH)_2$ from Bittern by Electrochemical Method. *J Pure Appl Chem Res.* **8**. 87–95. (2019). DOI: [10.21776/UB.JPACR.2019.008.01.455](https://doi.org/10.21776/UB.JPACR.2019.008.01.455).
- [21] Jamarun, N., Asril, A., Zilfa, Z. & Septiani, U. Effect of Hydrothermal Temperature on Synthesis of Hydroxyapatite from Limestone via Hydrothermal Method. *Int J Appl Pharm.* **10**. 1799-1804. (2018). DOI: [10.13005/ojc/300440](https://doi.org/10.13005/ojc/300440).