



Artikel Penelitian

Isolasi dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Hewan

Vina Amalia*, Eko Prabowo Hadisantoso, Dede Hidayat, Riska Farah Diba, Muhamad Fahmi Dermawan, Siti Wilamah Tsaniyah

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung

INFO ARTIKEL

Sejarah artikel
Revisi 16 September 2017
Diterima 30 Desember 2017
Tersedia online 16 Januari 2018

*Penulis korespondensi:
Email: vinaamalia@gmail.com

ABSTRAK

Vertebrates bone contains 60% of calcium phosphate that can be used as a basic material of hydroxyapatite. Hydroxyapatite is a bioceramics material that has good adsorption properties, so it can be used as an adsorbent. This research focused on isolation and characterization of hydroxyapatite from some bone wastes, namely cow bone, goat bone, goramy and tuna fish bone. Hydroxyapatite from cow and goat bones waste was isolated by calcination at 1000°C and activated by Na₂CO₃. Isolation of hydroxyapatite from fish (goramy and tuna) bone waste is only hydrolyzed by NaOH without calcination. Characterization using XRD showed that crystalline hydroxyapatite was formed from the isolation of cow and goat bones, and amorphous hydroxyapatite was formed from the isolation of goramy and tuna fish bones. Comparison of Ca/P of hydroxyapatite isolated from bovine, goat, goramy and tuna bones are 1.71; 1.79; 1.97; 1.86, respectively. Based on IR spectra, hydroxyapatite has the -OH, PO₄³⁻, and CO₃²⁻ groups. The surface morphology of the hydroxyapatite is porous with the particle size of 1-2 μm.

Keywords: hydroxyapatite, bone's waste, adsorbent

Tulang vertebrata mengandung 60% kalsium fosfat. yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar hidroksiapatit. Hidroksiapatit merupakan material biokeramik yang memiliki sifat adsorpsi yang baik sehingga dapat dimanfaatkan sebagai adsorben. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengkarakterisasi hidroksiapatit dari beberapa limbah tulang, yaitu tulang sapi, kambing, gurame, dan tongkol. Hidroksiapatit dari limbah tulang sapi dan kambing diisolasi dengan cara kalsinasi pada suhu 1000°C dan diaktivasi menggunakan Na₂CO₃. Isolasi hidroksiapatit dari limbah tulang gurame dan tulang tongkol tidak dilakukan kalsinasi hanya digunakan hidrolisis menggunakan NaOH. Karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa telah terbentuk hidroksiapatit kristalin dari hasil isolasi tulang sapi dan kambing, dan terbentuk hidroksiapatit amorf dari hasil isolasi tulang gurame dan tongkol. Perbandingan Ca/P hidroksiapatit hasil isolasi dari tulang sapi, kambing, gurame, dan tongkol, masing-masing adalah 1,71; 1,79; 1,97 dan 1,86. Spektra IR hidroksiapatit menunjukkan adanya gugus -OH, PO₄³⁻, dan CO₃²⁻. Morfologi permukaan hidroksiapatit hasil isolasi berpori dengan ukuran partikel 1-2 μm.

Kata Kunci: hidroksiapatit, limbah tulang, adsorben

1. Pendahuluan

Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) adalah mineral anorganik yang bisa didapatkan dalam tulang, diantaranya adalah tulang hewan. Tulang adalah salah satu hasil samping selain dagingnya, tulang sapi dapat dimanfaatkan untuk keperluan yang beraneka ragam. Tulang merupakan salah satu dari bagian hewan yang memiliki banyak manfaat. Namun pemanfaatan tulang tersebut kurang optimal. Oleh karena itu, diperlukan alternatif lain untuk meningkatkan nilai ekonomis dan daya guna tulang (Atmoko & Pangestuti, 2011). Salah satu contohnya adalah pemanfaatan tulang sapi sebagai material penyerap (adsorben) pada proses adsorpsi.

Tulang mengandung unsur seperti kalsium dan fosfor. Kalsium yang terkandung dalam tulang berupa 7,07% CaCO_3 , 1,96% CaF_2 , dan 58,30% $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Adapun kandungan fosfor dalam tulang adalah 2,09% $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ dan 58,30% $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (Perwitasari, 2008). Kalsium dan fosfor merupakan unsur utama pembentuk hidroksiapatit sehingga tulang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis hidroksiapatit. Dari kandungan kimia tersebut, maka tulang hewan dapat dimanfaatkan sebagai adsorben pada proses adsorpsi (Agarwal & Gupta, 2015).

Potensi ini sangat bermanfaat, terutama jika diterapkan dalam upaya mengatasi pencemaran limbah berbahaya yang berasal dari industri maupun rumah tangga, diantaranya adalah pencemaran logam berat. Beberapa penelitian telah melaporkan penggunaan tulang hewan sebagai adsorben, diantaranya penggunaan arang tulang hewan sebagai adsorben logam Cr(VI) (Agarwal & Gupta, 2015) dan penghilangan logam Zn(II) dengan menggunakan serbuk tulang ikan (Lim, Teng, Ibrahim, Ahmad, & Chee, 2012).

Hidroksiapatit dari tulang hewan dapat disintesis dengan beberapa cara, diantaranya dengan metode Sol-Gel (Pinangsih, Wardhani, & Darjito, 2014) basah-pengendapan (Wardhani, 2014), *wet process* (Fitriawan, Amalia, Saputra, Setyawati, Yulianto, & Aji, 2015), dan hidrolisis asam (Sobczak, Kowalski, & Wzorek, 2009), maupun hidrolisis basa (Barakat, Khil, Omran, Sheikh, & Kim, 2009). Pada penelitian ini akan dilakukan isolasi hidroksiapatit dari beberapa limbah tulang hewan, diantaranya tulang sapi, kambing, gurame, dan tongkol. Hidroksiapatit diisolasi dari tulang sapi dan kambing dengan cara

kalsinasi pada suhu 1000°C dan aktivasi menggunakan Na_2CO_3 . Isolasi hidroksiapatit dari tulang gurame dan tulang tongkol dilakukan menggunakan hidrolisis NaOH. Hidroksiapatit hasil isolasi dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), XRF (*X-Ray Fluorescence*), FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

2. Bahan dan metode

2.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain limbah tulang sapi, kambing, ikan gurame, dan ikan tongkol yang diperoleh dari pasar tradisional dan pedagang kaki lima, Na_2CO_3 (Merck), dan NaOH (Merck).

2.2. Preparasi dan pembuatan adsorben tulang sapi dan tulang kambing

Sampel limbah tulang sapi dan tulang kambing dibersihkan dari daging dan sumsum yang masih berada pada tulang. Tulang dicuci dengan air dan detergen beberapa kali lalu dibilas dengan aquadest, kemudian dijemur selama satu hari sampai kering dan tidak berbau. Tulang kering digerus dan serbuk tulang ditempatkan pada cawan penguap untuk dipanaskan dengan *furnace* selama 1 jam pada suhu 1000°C . Setelah itu hidroksiapatit didinginkan dalam desikator.

Adsorben yang dihasilkan dari proses kalsinasi tersebut digerus hingga halus dan diayak menggunakan ayakan $149\ \mu\text{m}$. Selanjutnya dilakukan aktivasi, yaitu dengan menimbang sebanyak 0,5 gram adsorben tulang sapi dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL, kemudian diaktivasi dengan menambahkan larutan Na_2CO_3 0,1 M sebanyak 150 mL di dalam gelas kimia 250 mL. Setelah itu, campuran diaduk selama 5 menit dan dipanaskan dengan menggunakan *hotplate* selama 1 jam. Kemudian hidroksiapatit tersebut disaring dan dibilas dengan aquades. Setelah itu, hidroksiapatit dioven pada suhu 110°C selama 2 jam.

2.3. Preparasi dan pembuatan adsorben tulang gurame dan tongkol

Sampel tulang ikan gurame dan tongkol dibersihkan dan dicuci dengan aquades panas. Sampel yang sudah bersih didiamkan sampai kering dan dioven dengan suhu 120°C . Sampel didinginkan dan diaktivasi.

Serbuk tulang ikan direndam dalam larutan NaOH 0,1 M dengan perbandingan padatan:larutan 1:50 (w/v) dan diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam. Adsorben selanjutnya disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 24 jam, lalu didinginkan dalam desikator. Setelah itu, adsorben ditumbuk sampai 149 µm. Adsorben yang telah siap digunakan disimpan dalam wadah kedap udara.

2.4. Karakterisasi hidroksiapatit

Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi hidroksiapatit yang dihasilkan menggunakan SEM (JEOL JCM 6000), Spektrofotometer FTIR (Agilent Tipe Carry 600 Series), dan XRD (PANalytical type X'Pert PRO PW3040/x0).

3. Hasil dan pembahasan

3.1. Preparasi dan isolasi hidroksiapatit dari limbah tulang sapi dan kambing

Hidroksiapatit dari tulang sapi dan tulang kambing diisolasi dengan cara dekomposisi termal. Kalsinasi dilakukan pada suhu 1000°C, pada suhu di bawah 1000°C yang akan terjadi adalah proses karbonisasi senyawa organik dalam tulang. Selain adanya hidroksiapatit, akan terbentuk pula karbon. Pada suhu 1000°C dekomposisi senyawa organik telah sempurna terjadi sehingga yang tertinggal hanya tinggal mineral pada tulang. Karena kandungan mineral tertinggi hidroksiapatit, maka pada suhu ini terbentuk hidroksiapatit dengan optimum. Hasil kalsinasi tulang sapi dan kambing pada suhu 1000°C menghasilkan tulang dengan warna yang putih, seperti ditunjukkan pada Gambar 1. Randemen hidroksiapatit hasil isolasi dari tulang didapatkan sebesar 58,6%. Pada suhu di atas 1000°C, akan terbentuk trikalsium fosfat sebagai hasil dekomposisi hidroksiapatit.



Gambar 1. Tulang sapi yang sudah dikalsinasi

Proses pengayakan bertujuan untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil dan homogen, sehingga luas permukaan adsorben semakin besar. Ukuran partikel berpengaruh terhadap proses adsorpsi sehingga serbuk tulang yang berukuran 149 µm lebih efektif untuk dijadikan adsorben. Apabila ukuran partikel diperkecil maka permukaan adsorben menjadi lebih luas sehingga lebih banyak permukaan adsorben yang siap untuk berinteraksi dengan aktivator maupun dengan adsorbat dan proses adsorpsi akan lebih optimal.

Tujuan dari proses aktivasi adalah untuk membuka pori-pori hidroksiapatit dengan cara melarutkan pengotor yang masih terdapat dalam hidroksiapatit. Pemilihan aktivator Na₂CO₃ ini karena dibandingkan dengan H₃PO₄ dan NaOH, senyawa yang terbentuk antara ion karbonat dengan logam-logam mineral yang masih terdapat dalam hidroksiapatit memiliki kelarutan yang lebih besar. Oleh karena itu, pada saat proses aktivasi dilakukan, logam-logam tersebut dimungkinkan dapat terlarut dan pori-pori hidroksiapatit menjadi lebih terbuka.

3.2. Preparasi dan isolasi hidroksiapatit dari limbah tulang gurame dan tongkol

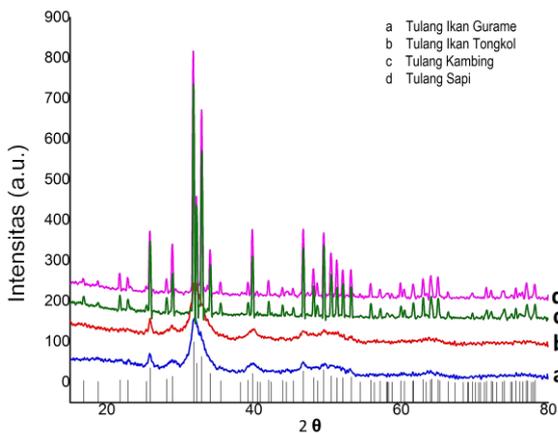
Hidroksiapatit dari limbah tulang ikan gurame dan tongkol diisolasi dengan cara hidrolisis basa. Hidrolisis basa merupakan alternatif isolasi hidroksiapatit selain dengan cara dekomposisi termal. Selain mengandung hidroksiapatit, tulang juga mengandung kolagen. Dengan cara hidrolisis basa, kolagen dan senyawa organik lainnya yang terdapat dalam tulang akan terdekomposisi (Barakat et al., 2009).

Pada umumnya, adsorben tulang ikan memiliki daya adsorpsi rendah sehingga untuk mendapatkan adsorben yang mempunyai daya adsorpsi tinggi perlu dilakukan proses aktivasi. Proses yang dilakukan yaitu dengan menggunakan aktivator NaOH 0,1 M. Aktivasi ini bertujuan untuk memperbesar pori yaitu dengan cara memecahkan ikatan hidrokarbon atau mengoksidasi molekul-molekul permukaan sehingga serbuk tulang mengalami perubahan, yaitu luas permukaan bertambah besar dan berpengaruh terhadap daya adsorpsi.

3.2. Karakterisasi hidroksiapatit hasil isolasi

3.2.1. Hasil karakterisasi XRD

Analisis XRD diperlukan untuk menentukan senyawa anorganik dan struktur kristal dari suatu material. Hasil analisis XRD (Gambar 2) menunjukkan bahwa hidroksiapatit hasil isolasi memiliki kesamaan 2θ puncak tertinggi dengan hidroksiapatit standar (*Calculated from ICSD using POWD-12++*) yaitu pada 2θ : 25,867; 31,765; 32,183; 32,899, 39,794; 46,687.



Gambar 2. Spektrum XRD hidroksiapatit hasil isolasi

Dari spektrum XRD terlihat bahwa hidroksiapatit yang diisolasi dari tulang sapi dan kambing dengan cara kalsinasi memiliki kristalinitas yang sangat besar. Berbeda dengan hidroksiapatit hasil isolasi dari tulang gurame dan tongkol yang dilakukan dengan metode hidrolisis NaOH, memiliki kristalinitas yang rendah. Hal ini menunjukkan bahwa suhu isolasi akan berpengaruh terhadap struktur kristal hidroksiapatit yang terbentuk. Semakin tinggi suhu dekomposisi menyebabkan kristalinitas dari hidroksiapatit semakin besar (Zanotto, Saladino, Martino, & Caponetti, 2012).

3.2.2. Hasil karakterisasi XRF

Kandungan unsur yang terdapat dalam hidroksiapatit dapat dilihat pada Tabel 1. Secara umum kandungan terbesar dari hidroksiapatit adalah unsur Ca dan P. Pada hidroksiapatit komersial $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, perbandingan Ca/P adalah 1,67 sedangkan perbandingan Ca/P dari hidroksiapatit hasil isolasi menunjukkan nilai 1,71; 1,79; 1,97; 1,86. Nilai ini lebih besar dari rasio yang seharusnya, hal tersebut dimungkinkan karena masih adanya senyawa lain dalam bentuk senyawa kalsium dalam hidroksiapatit hasil isolasi. Senyawa

kalsium yang mungkin terbentuk adalah CaCO_3 dan CaO (Pinangsih et al., 2014)

Tabel 1.

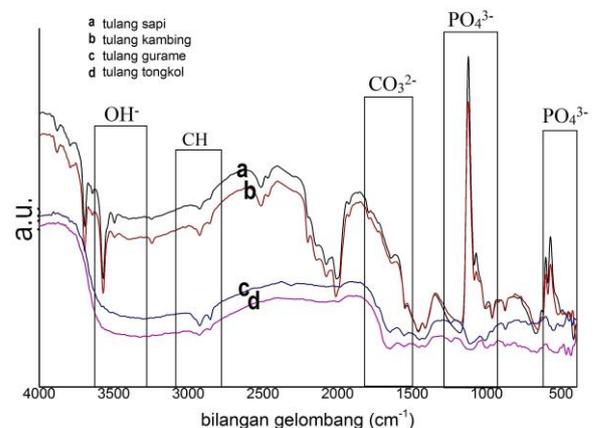
Kandungan unsur dalam hidroksiapatit hasil isolasi

Unsur	Masa (%)			
	Tulang Sapi	Tulang Kambing	Tulang Gurame	Tulang Tongkol
Si	0,1090	0,1150	0,0809	0,0555
Ti	-	0,0034	0,0035	0,0029
Al	0,0183	0,0503	0,0340	0,0263
Fe	0,0144	0,0129	0,0138	0,0271
Mn	-	-	0,0070	0,0033
Ca	38,6800	39,3500	27,5600	26,300
Mg	1,0400	1,0000	0,4830	0,5340
Na	0,8720	1,3500	0,3480	0,2550
K	0,0295	0,0192	0,0192	0,0779
P	17,4700	16,9800	10,8100	10,9100
S	0,0126	0,0225	0,0494	0,0913
Ca/P	1,71	1,79	1,97	1,86

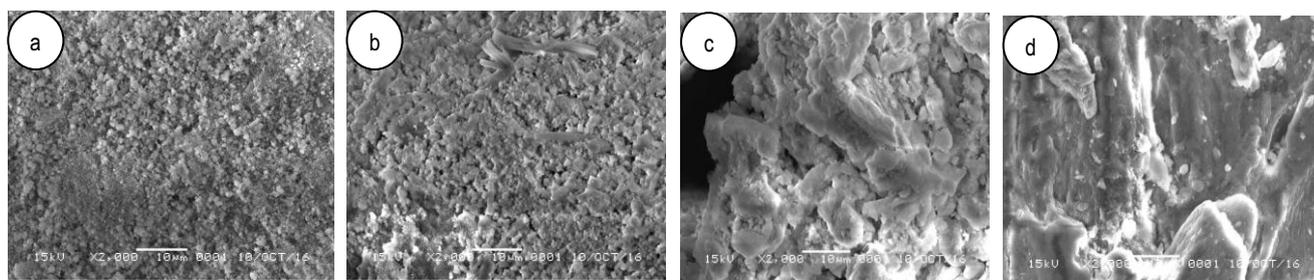
3.2.3. Hasil Karakterisasi FTIR

Berdasarkan analisis spektrum IR (Gambar 3), diketahui bahwa hidroksiapatit memiliki gugus OH dan PO_4^{3-} . Selain itu, ada juga gugus CH dan gugus CO_3^{2-} pada hidroksiapatit hasil isolasi dari tulang gurame dan tongkol. Munculnya puncak di bilangan gelombang gugus CH dan CO_3^{2-} mengindikasikan bahwa dalam hidroksiapatit tersebut masih terdapat senyawa organik dan senyawa karbonat yang belum terdekomposisi.

Masih terdapatnya kolagen yang tidak terdekomposisi dapat terlihat dari munculnya puncak pada 1550 (regangan N-H) dan 2922 (regangan C-H). Adapun keberadaan diidentifikasi dari munculnya puncak pada bilangan gelombang 1663 (regangan C = O) dan 1027 (regangan C-O-C) (Lim et al., 2012).



Gambar 3. Spektrum FTIR hidroksiapatit hasil isolasi



Gambar 4. Morfologi permukaan hidroksiapatit hasil isolasi dari tulang (a) sapi, (b) kambing, (c) gurame, dan (d) tongkol dengan perbesaran 2000 kali.

3.2.4. Hasil karakterisasi SEM

Morfologi permukaan hidroksiapatit hasil isolasi diperlihatkan pada Gambar 4. Berdasarkan gambar tersebut diketahui keberadaan pori pada permukaan hidroksiapatit. Ukuran partikel hidroksiapatit tulang sapi dan kambing sekitar 1-2 μm dan memiliki bentuk yang seragam, sedangkan ukuran dari partikel hidroksiapatit tulang gurame dan tongkol berukuran lebih besar serta tidak beraturan.

Perbedaan suhu isolasi menyebabkan perbedaan ukuran dan bentuk kristal hidroksiapatit yang terbentuk. Hidroksiapatit yang disintesis pada suhu di atas 900°C memiliki morfologi batang heksagonal yang beraturan. Adapun hidroksiapatit yang terbentuk pada suhu di bawah 900°C memiliki morfologi kristal berbentuk jarum (Zanotto et al., 2012).

4. Kesimpulan

Hidroksiapatit dapat diisolasi dari limbah tulang dengan cara kalsinasi tanpa penambahan pelarut (tulang sapi dan kambing) dan dengan cara hidrolisis NaOH (tulang gurame dan tongkol). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa terbentuk hidroksiapatit dengan kristalinitas yang berbeda tergantung dari metode isolasi. Rasio Ca/P hidroksiapatit hasil isolasi menunjukkan nilai 1,71; 1,79; 1,97; 1,86 masing-masing pada tulang sapi, kambing, gurame, dan tongkol. Partikel hidroksiapatit yang diperoleh dari isolasi dengan cara kalsinasi memiliki ukuran yang lebih kecil dan lebih seragam dibandingkan dengan hasil hidrolisis basa.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Diktis Kemenag yang telah memberikan bantuan dana penelitian.

Daftar Pustaka

- Agarwal, A., & Gupta, P. K. (2015). Adsorption study of Cr(II) from aqueous solution using animal bone charcoal as low cost adsorbent. *International Journal of Engineering Technology, Management and Applied Sciences*, 3(1), 151–163.
- Atmoko, I. D., & Pangestuti, R. D. (2011). *Produksi gelatin dari tulang sapi dengan proses hidrolisa*. Semarang. Retrieved from <http://eprints.undip.ac.id/36784/>
- Barakat, N. A. M., Khil, M. S., Omran, A. M., Sheikh, F. A., & Kim, H. Y. (2009). Extraction of pure natural hydroxyapatite from the bovine bones bio waste by three different methods. *Journal of Materials Processing Technology*, 209(7), 3408–3415.
- Fitriawan, M., Amalia, S.R., Saputra, B.A., Setyawati, E., Yulianto, A., & Aji, M.P. (2015). Sintesis hidroksiapatit berbasah dasar tulang sapi dengan metode presipitasi sebagai kandidat pengganti graft berdasarkan *compressive strength*. In *Prosiding Seminar Nasional Mahasiswa Fisika 2014*, Semarang.
- Lim, H.K., Teng, T.T., Ibrahim, M.H., Ahmad, A., & Chee, H.T. (2012). Adsorption and removal of Zinc (II) from aqueous solution using powdered fish bones. *APCBEE Procedia*, 1, 96–102.

- Perwitasari, D.S. (2008). Hidrolisis tulang sapi menggunakan HCl untuk pembuatan gelatin. In *Makalah Seminar Nasional Soebardjo Brotohardjono "Pengolahan Sumber Daya Alam dan Energi Terbarukan"* (pp. 1–9). Retrieved from <https://core.ac.uk/download/pdf/12218210.pdf>
- Pinangsih, A. C., Wardhani, S., & Darjito. (2014). Sintesis biokeramik hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) dari limbah tulang sapi menggunakan metode sol-gel. *Kimia Student Journal*, 1(2), 203–209.
- Sobczak, A., Kowalski, Z., & Wzorek, Z. (2009). Preparation of hydroxyapatite from animal bones. *Acta of Bioengineering and Biomechanics*, 11(4), 23–28.
- Wardhani, S. (2014). Sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode basah-pengendapan. *Kimia Student Journal*, 1(1), 92–97.
- Zanotto, A., Saladino, M. L., Martino, D. C., & Caponetti, E. (2012). Influence of temperature on calcium hydroxyapatite nanopowders. *Advances in Nanoparticles*, 1(3), 21–28.