

Limbah Tulang Ikan Tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) Sebagai Sumber Kalsium Pada Pembuatan Hidroksiapatit

Lia Anggresani, Santi Perawati, Ica Juni Rahayu

Program Studi Farmasi, STIKES Harapan Ibu Jambi, Jl. Tarmizi Kadir No 71 Pakuan Baru Thehok

Detail Artikel

Diterima : 16 Juli 2019
Direvisi : 07 Oktober 2019
Diterbitkan : 25 Oktober 2019

Kata Kunci

Difraksi Sinar-X
Hidroksiapatit
Sol-Gel
Tulang ikan tenggiri -
(*Scomberomorus guttatus*)

Penulis Korespondensi

Name : Lia Anggresani
Affiliation : STIKES Harapan Ibu
Jambi
Email : anggresani@yahoo.com

ABSTRAK

Tulang ikan tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) merupakan suatu bentuk sisa dari pengolahan ikan yang belum banyak dimanfaatkan, dimana tulang ikan memiliki kandungan kalsium dan fosfor. Tulang ikan dapat dibuat biomaterial hidroksiapatit. Hidroksiapatit banyak diaplikasikan untuk implan tulang dan gigi. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pembuatan hidroksiapatit dari tulang ikan tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) dengan metode sol-gel. Tulang ikan direndam menggunakan NaOH dan aseton lalu furnace suhu 8000C selama 3 jam untuk mendapatkan bubuk CaO. CaO ditambahkan HCl hingga didapatkan endapan. Endapan ditambahkan etanol dan H₃PO₄ sampai terbentuk gel yang kemudian dioven dan di furnace pada suhu 6000C, 7000C dan 8000C. Bubuk yang didapat diperiksa dengan Difraksi Sinar-X, Mikroskopi pemindaian elektron dan pemeriksaan ukuran partikel. Hasil difraksi Sinar-X pada suhu 6000C didapatkan senyawa hidroksiapatit yang sesuai dengan standar ICSD no 01-074-9780 dimana intensitas tinggi terletak pada sudut 2 θ 32,84o; 31,53o; 25,86o; dan 27,95o dengan bentuk kristal heksagonal. Pada suhu 7000C didapatkan senyawa tricalcium bis orthophosphate dan suhu 8000C senyawa β -TCP dengan bentuk rombohedral. Morfologi berupa bongkahan dengan pembesaran 150x. Hasil analisa PSA didapat ukuran partikel 1,394 μ m. Kesimpulan penelitian ini tulang ikan tenggiri dapat dijadikan sebagai sumber kalsium pada pembuatan hidroksiapatit pada suhu 600oC.

ABSTRACT

Mackerel fish bones (*Scomberomorus guttatus*) is a residual form of fish processing that has not been widely used, where fish bones contain calcium and phosphorus. Fishbones can be made of hydroxyapatite biomaterial. Hydroxyapatite is widely applied for bone and dental implants. The purpose of this study was to determine the production of hydroxyapatite from mackerel fish bones (*Scomberomorus guttatus*) using the sol-gel method. Fishbones were soaked using NaOH and acetone and then furnace at 800oC for 3 hours to get CaO powder. CaO is added with HCl until a precipitate is obtained. The precipitate was added with ethanol and H₃PO₄ to form a gel which was then roasted and furnace at temperatures of 6000C, 7000C and 8000C. The obtained powder was examined by X-ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, and particle size analyzer. X-ray diffraction results at a temperature of 6000C obtained hydroxyapatite compounds following ICSD standard No. 01-074-9780 where high intensity is located at an angle of 2 θ 32.84o; 31.53o; 25.86o; and 27.95 o with hexagonal crystal shape. At 7000C, tricalcium bis orthophosphate was obtained and at 8000C the β -TCP compound was in rhombohedral form. Morphology in the form of chunks with 150x magnification.

The results of the PSA analysis obtained a particle size of 1.394 μm . This research concludes that mackerel fish bones can be used as a source of calcium in the synthesis hydroxyapatite at 600oC.

PENDAHULUAN

Sumber kalsium dapat kita temukan pada hewan seperti pada jenis ikan, dimana salah satunya ialah pada ikan tenggiri. Ikan tenggiri banyak dimanfaatkan dalam berbagai jenis produk olahan seperti untuk bahan kerupuk, siomay, dan pempek (Nurilmala, 2015). Kulit dari ikan tenggiri juga telah dijadikan gelatin. Dalam bidang farmasi, gelatin digunakan untuk pembuatan kapsul lunak dan keras (Febri Gunawan, Pipih Suptijah, 2017).

Tulang ikan merupakan salah satu bentuk sisa yang dihasilkan dari pengolahan ikan. Tulang ikan mengandung mineral yang cukup tinggi dibandingkan bagian tubuh yang lain karena unsur utama dari tulang ikan adalah kalsium, posfor dan karbonat (Mutmainnah, Sitti Chadijah, 2017). Tulang tersusun terutama dari kalsium (Ca) dan posfor (P) yang mengalami biomineralisasi dan membentuk senyawa kalsium fosfat (Indrani & Adi, 2012).

Tulang ikan tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) dapat diolah menjadi produk yang memiliki nilai ekonomi yang tinggi berupa hidroksiapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) (Mutmainnah, Sitti Chadijah, 2017). *Hydroxyapatite* merupakan salah satu biokeramik yang akhir-akhir ini dikaji secara intensif khususnya terkait aplikasi dalam dunia medis. Secara umum, hidroksiapatit banyak diaplikasikan secara luas untuk regenerasi tulang, implan tulang dan gigi, serta ortopedi. Luasnya aplikasi tersebut tidak terlepas dari sifat penting yang dimiliki oleh *hydroxyapatite* yaitu bioresorbabel, osteokonduktif, biokompatibel, dan tidak beracun (Y A Hariyanto, A Taufiq, 2018) bioaktif artinya mempunyai kemampuan untuk terikat secara kimia dengan jaringan hidup pada manusia (Syamsuddin, 2017). Sintesis senyawa *hydroxyapatite* dapat diperoleh dengan mencampurkan prekursor kalsium dengan prekursor fosfat (Al Haris, Fadli, 2016).

Telah banyaknya penelitian tentang *hydroxyapatite* yang bersumber dari tulang sapi (Wardana, Ratnasari, & Fauzan, 2017), dari kulit telur (Y Azis, M Adrian, C D Alfarisi, 2018), dari mineral alam batu kapur bukit tui (Anggresani, 2016) (Jamarun, Novesar., Harmileni., Arief, 2009), dari kalsium nitrat tetrahidrat (Putri, 2016) dengan menggunakan metode sol gel. Dalam penelitian ini di gunakan metode Sol-Gel dikarenakan kelebihan dari metode sol-gel ini yaitu banyak dikembangkan sebagai teknik dalam menghasilkan suatu serbuk dengan kemurnian, kristalinitas, reaktivitas yang tinggi, serta prosesnya menggunakan suhu yang rendah, metode ini juga dapat meningkatkan pencampuran molekul dari kalsium dan fosfor (Nayak, 2010). Sehingga disini peneliti tertarik untuk membuat *hydroxyapatite* dari tulang ikan tenggiri sebagai sumber kalsium.

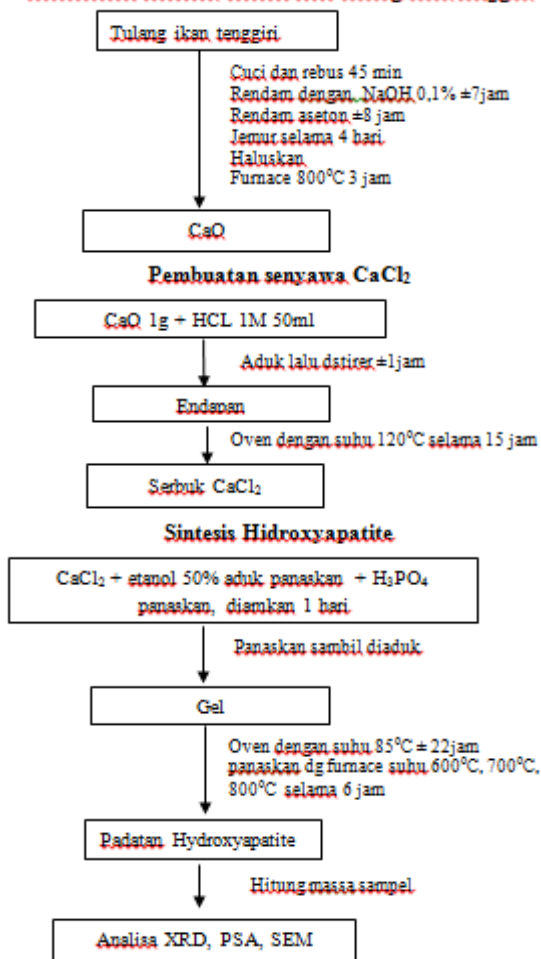
METODE PENELITIAN

1. Pembentukan Bubuk Tulang Ikan Tenggiri (CaO)

Tulang ikan tenggiri (*Scomberomorus commerson*) sebanyak 3 Kg dibersihkan dan direbus selama 45 menit. Kemudian direndam dalam larutan NaOH 0,1% selama 7 jam, tiriskan dan direndam dalam wadah yang berisi aseton 25% selama 8 jam. Kemudian, tulang ditiriskan dan dijemur dibawah sinar matahari selama 4 hari. Selanjutnya, tulang ikan yang telah kering dihancurkan dengan grinder hingga dihasilkan bubuk tulang ikan tenggiri. Bubuk tersebut ambil 200 gr difurnace pada suhu 800^oC selama 3 jam. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRF.

2. Sintesis CaCl_2 dengan HCL 1 M
Sintesis CaCl_2 dilakukan dengan bubuk tulang ikan (CaO) sebanyak 1 g ditambah HCL 1M 50 mL. Larutan dipanaskan pada suhu 90°C (suhu larutan) sambil diaduk menggunakan hot plate magnetik stirer dengan waktu 1 jam. Kemudian endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 15 jam. Endapan CaCl_2 yang sudah kering ditimbang dan dicatat massanya.
3. Sintesis *Hydroxyapatite* dengan H_3PO_4 0,1M
1 gram CaCl_2 dilarutkan dengan 50 mL etanol 50%, dipanaskan sambil di aduk dan ditambahkan larutan H_3PO_4 yang diteteskan pada larutan CaCl_2 sebanyak 25 ml, campuran tersebut dipanaskan pada suhu 120°C selama 15 menit atau larutan tersebut sampai pekat, lalu diamkan selama 1 hari. Panaskan kembali pada 120°C sambil diaduk hingga terbentuk gel. Gel yang sudah terbentuk dioven pada suhu 85°C selama 22 jam. Kemudian difurnance pada suhu 600°C , 700°C dan 800°C selama 6 jam, selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD, SEM dan PSA.

Pembuatan kalsium oksida dari tulang ikan tenggiri



HASIL DAN PEMBAHASAN

1) Pembentukan Bubuk Tulang Ikan Tenggiri

Penelitian ini dilakukan untuk memanfaatkan limbah tulang ikan tenggiri sebagai sumber kalsium untuk pembuatan hidroksiapatite. Pembentukan bubuk tulang ikan tenggiri (CaO)

dilakukan dengan perendaman menggunakan NaOH dimana NaOH disini berguna untuk membersihkan tulang ikan tenggiri. Selanjutnya direndam dengan aseton yg berfungsi untu menghilangkan kadar lemak dari tulang ikan, setelah itu di jemur dan dilakukan kalsinasi pada suhu 800⁰C selama 3 jam. Bubuk yang didapatkan di periksa dengan XRF untuk menentukan kandungan kimia yang terdapat pada tulang ikan tenggiri.

Tabel 1. Hasil Analisa XRF (X-Ray Fluorescence)

No	Komposisi Kimia	Kandungan %
1	CaO	50,814
2	P ₂ O ₅	46,075
3	MgO	1,249
4	Al ₂ O ₃	0,621

2) Sintesis CaCl₂ dengan HCL 1 M

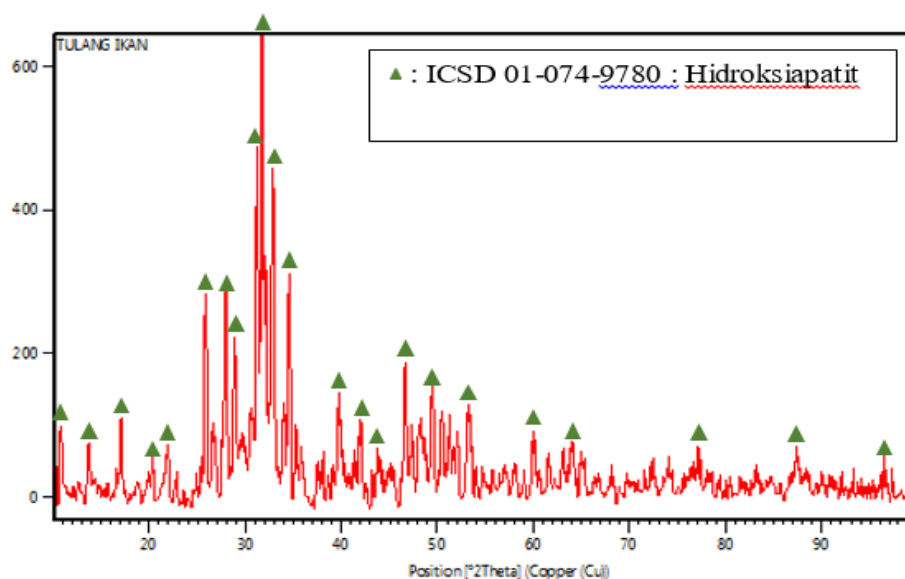
Pada hasil sintesis CaCl₂ dengan HCl 1M warna yang terbentuk masih bewarna abu-abu, sedangkan pada penelitian (Wardana et al., 2017) menggunakan HCl 1M menghasilkan warna putih (Wardana et al., 2017) (Arum Candra Pinangsih, Sri Wardhani, 2014). Pada proses ini reaksi yang terjadi adalah : CaO + HCl → CaCl₂ + H₂O (Wardana et al., 2017)

3) Sintesis *Hydroxyapatite* dengan H₃PO₄ 0,1M

CaCl₂ selanjutnya ditambahkan etanol dan asam fosfat yang bertindak sebagai prekursor fosfat pada pembentukan hidroksiapatit. Reaksi yang terjadi dalam proses ini adalah : CaCl₂ + H₂O + H₃PO₄ → Ca₅(PO₄)₃(OH) (Wardana et al., 2017). Endapan yang didapatkan kemudian di oven dan selanjutnya di furnace pada suhu 600⁰C, 700⁰C dan 800⁰C dan dilakukan analisa menggunakan XRD, SEM dan PSA

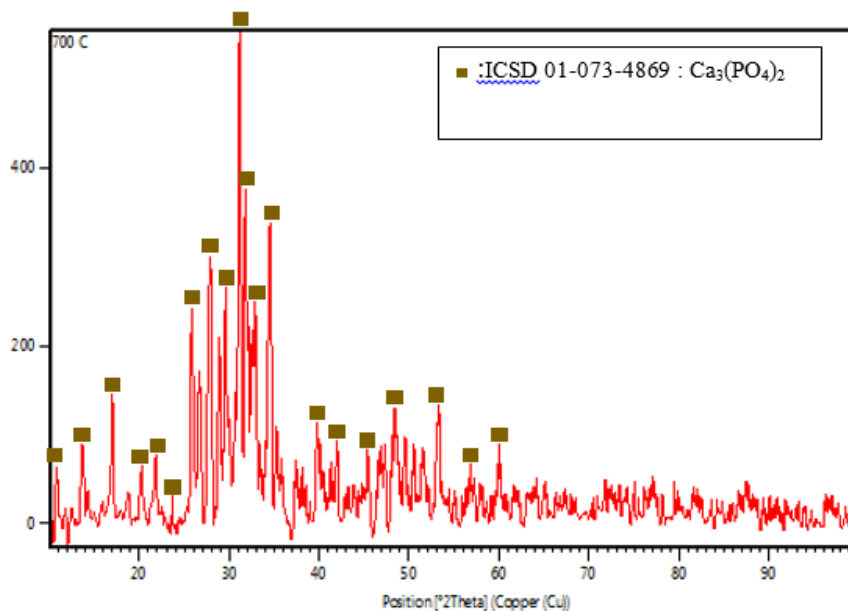
a. Analisa XRD

Hasil analisa XRD pada suhu 600⁰C didapat sesuai dengan standar ICSD No 01-074-9780 yang menunjukan senyawa hidroksiapatit dengan rumus kimia Ca₅(PO₄)₃(OH) dan bentuk kristal berupa hexagonal. Intensitas yang tinggi dapat dilihat pada posisi 2θ yaitu 32,84°; 31,53°; 25,86°; 27,95°; 28,88° dan semua peak yang muncul menyatakan bahwa kristal tersebut adalah hydroxyapatite.



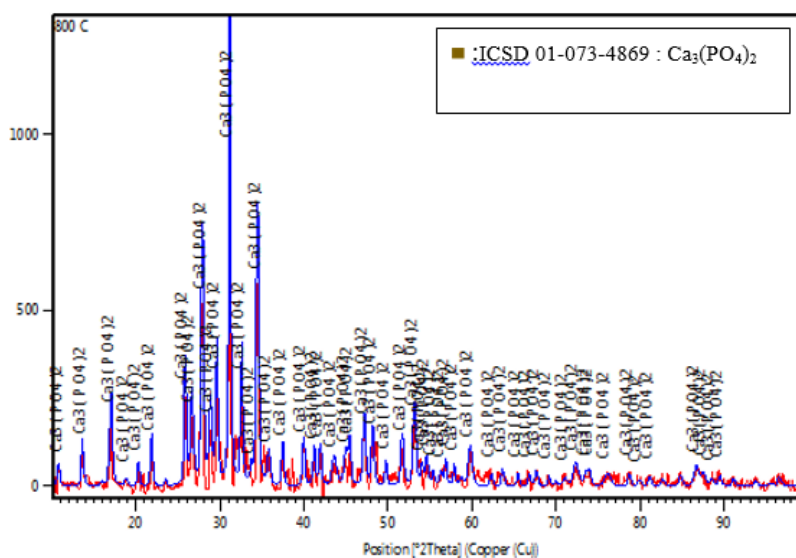
Gambar 1. Hasil Analisa XRD pada suhu 600⁰C

Hasil analisa pada suhu 700⁰C sesuai dengan standar ICSD no 01- 073- 4869 menunjukkan senyawa tricalcium bis(ortophosphate) dengan rumus $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dimana sudut puncak dengan itensitas yang tinggi berada pada posisi 2Θ adalah 31,20^o; 34,55^o; 29,58^o; 28,00^o; 25,82^o pada suhu ini kristal yang terbentuk berupa rhombohedral.



Gambar 2. Hasil Analisa XRD pada suhu 700^oC

Sedangkan hasil analisa pada suhu 800⁰C sesuai dengan standar ICSD yang sesuai dengan no 01- 055-0898 senyawa yang terbentuk berupa β -TCP dengan rumus kimia $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dimana terdapat intensitas yang tinggi berada pada posisi 2Θ yaitu 31,11^o; 34,42^o; 27,86^o; 32,53^o; 25,83^o dan bentuk kristal berupa rhombohedral.



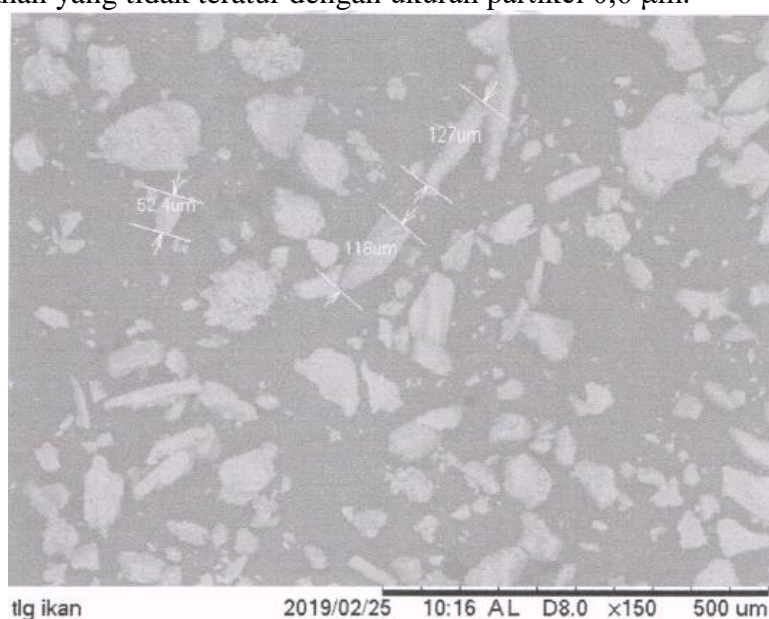
Gambar 3. Hasil Analisa XRD pada suhu 800^oC

Adanya senyawa TCP pada sampel ini dikarenakan hilangnya OH akibat pelakuan suhu yang tinggi (furnace). Akan tetapi adanya TCP dalam sampel bukan hal yang salah, karena

TCF juga dapat digunakan sebagai material implan tulang. Dimana TCP sendiri mempunyai sifat *biodegradabel*, bioaktif dan mempunyai kelarutan yang tinggi (Astuti Amin, 2017). Dengan adanya puncak yang tinggi menunjukkan bahwa sampel mempunyai kristalinitas yang tinggi pula, sedangkan dengan puncak yang lebar menunjukkan sampel yang berukuran nanometer (Y A Hariyanto, A Taufiq, 2018).

b. Analisa SEM

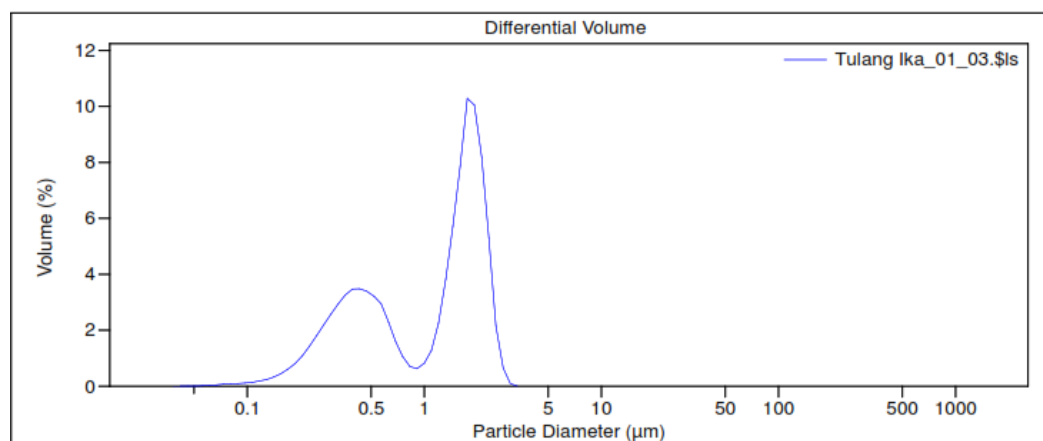
Hasil analisa SEM hanya dilakukan pada suhu 600°C. Hasil SEM dengan perbesaran 150x didapatkan morfologi permukaan berupa bongkahan (bulk) dengan ukuran partikel terkecil 52,4 µm. Hasil ini kurang terlihat jelas karena pembesarannya yang sangat kecil. Hasil SEM pada penelitian (Arum Candra Pinangsih, Sri Wardhani, 2014) yang menggunakan limbah tulang sapi dilakukan pada pembesaran 2500x didapatkan morfologi seperti bongkahan yang tidak teratur dengan ukuran partikel 0,6 µm.



Gambar 4. Hasil Analisa SEM (Scanning Electron Microscopy) pada suhu 600°C

c. Analisa PSA

Analisa PSA dilakukan untuk mengetahui ukuran diameter partikel dari hydroxyapatite yang didapatkan pada suhu 600°C. Berdasarkan hasil pengujian didapat ukuran partikelnya sebesar 1,394µm setara dengan 1394 nm dimana ukuran ini belum bisa dikatakan dalam kategori nanopartikel. Nanopartikel merupakan material dengan ukuran partikel kurang dari 1 mm atau dibawah 1000 nm (Hanura, Aditya Bayu, Wini Trilaksani, 2017). Menurut (Mohanraj & Chen, 2006) menerangkan bahwa nanopartikel merupakan suatu ukuran 10-1000 nm dari partikel.



Gambar 5. Hasil Analisa PSA (Particel Size Analyzer) pada

SIMPULAN

Berdasarkan dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa hidroksiapatit dapat terbentuk pada suhu 600°C dengan rumus $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ dengan bentuk kristal heksagonal, sedangkan pada suhu 700°C dan 800°C senyawa terbentuk bukan lah hidroksiapatit melainkan trikalsium bis(ortoposfat) dan β -TCP dengan rumus $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dan bentuk kristal berupa rombohedral. Dari hasil mikroskopi pemindaian elektron didapatkan morfologi yang berupa bongkahan (bulk) yang tidak seragam, sedangkan dari hasil pemeriksaan ukuran partikel didapat ukuran partikel sebesar $1,394\ \mu\text{m}$.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis ucapkan terimakasih pada KEMENRISTEKDIKTI yang telah mendanai penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Al Haris, Fadli, A. & Y. S. . (2016). Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Presipitasi dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi H_3PO_4 . *JOM FTEKNIK*, 3(2), 1–10.
- Anggresani, L. (2016). DIP-COATING SENYAWA KALSIUM FOSFAT DARI BATU KAPUR BUKIT TUI DENGAN VARIASI RATIO MOL Ca / P MELALUI METODE SOL-GEL. *Jurnal Sainstek*, 7, 33–41.
- Arum Candra Pinangsih, Sri Wardhani, D. (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.
- Astuti Amin, M. U. (2017). SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT DARI TULANG IKAN LAMURU (*Sardilnella Longiceps*)-KITOSAN SEBAGAI BONE FILLER. *JF FIK UINAM*, 5(1), 9–15.
- Febri Gunawan, Pipih Suptijah, U. (2017). EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI GELATIN KULIT IKAN TENGGIRI (*Scomberomorus commersonii*) DARI PROVINSI KEPULAUAN BANGKA BELITUNG. *JPHPI*, 20(18 Desember 2017), 568–581.
- Hanura, Aditya Bayu, Wini Trilaksani, dan P. S. (2017). KARAKTERISASI NANO HIDROKSIAPATIT TULANG TUNA *Thunnus sp.* SEBAGAI SEDIAAN BIOMATERIAL. *Jurnal Ilmu Dan Teknologi Kelautan Tropis*, 9(2), 619–630.
- Indrani, D. J., & Adi, dan Wisnu A. (2012). PREPARASI NANOKRISTALIN HIDROKSIAPATIT UNTUK SCAFFOLD REKAYASA JARINGAN TULANG. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 36–39.

- Jamarun, Novesar., Harmileni., Arief, S. (2009). Pengaruh Ration Molar Ca/P pada Sintesis Senyawa Apatite menggunakan Batu Kapur Alam sebagai Sumber Kalsium. *Proseding Semirata PTN Barat*, 1, 770–777.
- Mohanraj, V. J., & Chen, Y. (2006). Nanoparticles – A Review. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 5(June), 561–573.
- Mutmainnah, Sitti Chadijah, W. O. R. (2017). Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Tuna Sirip Kuning (*Tunnus albacores*) Dengan Metode Presipitasi. *Al-Kimia*, 5, 119–126.
- Nayak, A. (2010). Hydroxyapatite synthesis methodologies: An overview. *International Journal of ChemTech Research*, 2, 903–907.
- Nurilmala, D. Y. M. dan M. (2015). DNA Barcoding untuk Autentikasi Produk Ikan Tenggiri (*Scomberomorus* sp). *Jurnal Akuatika*, VI, 154–160.
- Putri, V. D. (2016). PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR Ca/P DALAM PEMBUATAN LAPISAN TIPIS KALSIUM FOSFAT DARI PREKURSOR $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ MELALUI METODE SOL-GEL. *Jurnal Katalisator*, 10, 1–11.
- Syamsuddin. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Biokeramik Tulang sebagai Bahan Implant dengan Metode Sintering. *Journal INTEK*, 4(2), 84–86.
- Wardana, M. Y., Ratnasari, & Fauzan, R. (2017). Pembuatan Hidroxyapatite Dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Reaksi (Journal of Science and Technology)*, 15(0), 1–7.
- Y A Hariyanto, A Taufiq, S. S. (2018). Sintesis, Karakterisasi Struktur dan Sifat Optik Nanopartikel Hidroksiapatit/Magnetit. *Journal of Physical Science and Engineering*, 3(1), 16–24. <https://doi.org/10.17977/um024v3i12018p016>
- Y Azis, M Adrian, C D Alfarisi, K. and R. M. S. (2018). Synthesis of hydroxyapatite nanoparticles from egg shells by sol-gel method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering PAPER*. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/345/1/012040>