

KARAKTERISASI NATURAL HIDROKSIAPATIT DARI TULANG IKAN LELE (*Calarias batracus*)

Rista Mutia Anggraini^{1*} dan Yusril Yusuf²,

¹Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Jambi, 36361, Indonesia

²Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, 55281, Indonesia

*email: ristamutia@unja.ac.id

ABSTRAK

Biomaterial hidroksiapatit (HAp) telah berhasil didapatkan dari bahan alami yaitu tulang ikan lele (*Calarias batracus*). Proses ini menggunakan metode heat treatment dengan suhu yang digunakan yakni 1000°C. Karakterisasi sampel HAp dilakukan menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan Fourier Transform Infrared (FTIR). Data XRD menunjukkan bahwa karakteristik HAp ditemukan pada HAp dari tulang ikan lele berdasarkan data JCPDS 09-0432. Tidak ada fase baru yang terbentuk pada HAp setelah dilakukan pemanasan. Selain itu tidak terjadi perubahan secara signifikan pada nilai konstanta kisi HAp sebelum dan setelah dipanaskan. HAp setelah pemanasan memiliki kristalinitas lebih tinggi daripada HAp sebelum pemanasan. Hal ini dibuktikan berdasarkan data FWHM dan analisis perhitungan persentase kristalinitas dari data XRD. Sampel tanpa pemanasan memiliki kristalinitas 62% dan setelah pemanasan 97%. Diketahui bahwa sampel tanpa pemanasan adalah HAp dengan fase amorf. Data FTIR menunjukkan bahwa gugus fungsi yang muncul pada kedua sampel juga merupakan karakteristik HAp. Gugus fungsi yang muncul diantaranya adalah OH, PO₄³⁻ dan CO₃²⁻.

Kata Kunci: Hidroksiapatit; bahan alami; tulang ikan lele; *Calarias batracus*; heat treatment

ABSTRACT

[Characterization of Natural Hydroxyapatite From Catfish Bone (*Clarias batracus*)] Hydroxyapatite (HAp) biomaterials have been successfully obtained from natural materials, namely the bones of catfish (*Calarias batracus*). This process uses the heat treatment method with a temperature of 1000°C. HAp sample characterization was done using X-Ray Diffractometer (XRD) and Fourier Transform Infrared (FTIR). XRD data showed HAp characteristics found in HAp from catfish bones based on JCPDS 09-0432 data. No new phase was formed in HAp after heating. In addition, there was no significant change in the value of the HAp lattice constant before and after heating. HAp after heating has a higher crystallinity than HAp before heating. This crystallinity data is proven based on FWHM data and an analysis of calculating the percentage of crystallinity from XRD data. The sample without heating has a crystallinity of 62% and 97% after heating. It is known that the sample without heating is HAp with an amorphous phase. FTIR data shows that the functional groups that appear in both samples are also characteristic of HAp. The functional groups that appear include OH, PO₄³⁻, and CO₃²⁻.

Keywords: Hydroxyapatite; natural ingredients; catfish bones; *Calarias batracus*; heat treatment

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit (HAp) merupakan senyawa golongan keramik yang tersusun atas kalsium dan fosfat (Yusuf, 2019). HAp adalah salah satu jenis biomaterial yang dapat ditemukan pada jaringan keras manusia. HAp dengan rumus molekul Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ memiliki sifat bioaktif, biokompatibel (Hussin, 2022), bioresorbable, bidodegradable, tidak korosif (Yusuf, 2019), dan osteokonduktif (Maghsoodi, 2020). Sifat-sifat tersebut menjadi alasan HAp terus dikembangkan agar dapat diaplikasikan sebagai bahan implan atau pelapis implan. HAp menjadi biomaterial yang masih populer untuk dikembangkan karena sifat biokompatibel yang sangat baik. Biokompatibel berkaitan dengan kemampuan material untuk

membentuk ikatan langsung dengan jaringan sekitarnya. Sifat ini dibutuhkan suatu biomaterial untuk aplikasi implan atau pelapis implan tulang ataupun gigi (Yusuf, 2021).

HAp dapat diperoleh dengan mencampur bahan sumber kalsium dan sumber fosfat. Bahan biogenik adalah salah satu sumber yang dapat dimanfaatkan untuk mendapatkan material HAp. Beberapa bahan biogenik yang dapat menghasilkan HAp adalah kerang hijau (*Perna viridis*), keong mas (*Pomacea canaliculata*), kerang darah (*Anadara granosa*), kerang simping (*Amusium pleuronectes*), cangkang telur puyuh (*Coturnix coturnix japonica*), dan sebagainya. Kesamaan semua bahan tersebut adalah memiliki kadar kalsium yang tinggi. Kadar kalsium yang tinggi berpotensi untuk disintesis menjadi HAp

dengan cara menambahkan sumber lain yakni sumber fosfat (Yusuf, 2019). Namun telah ditemukan bahwa HAp dapat dihasilkan tanpa ada proses pencampuran beberapa bahan, salah satunya yakni HAp yang berasal dari tulang ikan. Tulang ikan adalah salah satu bahan biogenik yang merupakan bagian dari jaringan keras pada ikan. Beberapa tulang ikan yang diketahui menghasilkan HAp adalah tulang ikan kakap merah utara (*Lutjanus campechanus*) (Cocolezzi, 2020), tulang ikan nila (Mustafa, 2015), tulang ikan bandeng (*Chanos chanos*), tulang ikan cendro (*Tylosurus crocodilus*) (Permatasari, 2019), tulang *Lates calcarifer* (Pal, 2017), tulang Sheelavati (Sunil, & Jagannatham, 2016), dan sebagainya. Semua jenis ikan tersebut tidak memerlukan pencampuran sumber fosfat untuk menghasilkan HAp.

Beberapa metode telah dilakukan untuk menghasilkan HAp, diantaranya metode presipitasi (Sari dan Yusuf, 2018), sol-gel (Charlena, 2022), *microwave irradiation* (Castro, 2022), *interfacial reaction* menggunakan *multiple emulsion*, *cationic surfactant template* (Yusuf, 2019), dan *heat treatment* (Sunil & Jagannatham, 2016). Metode *heat treatment* adalah metode sederhana untuk memperoleh HAp karena tidak diperlukan proses pencampuran beberapa bahan. Metode *heat treatment* melibatkan proses pemanasan pada suhu tertentu dan merupakan metode yang sudah terbukti dapat digunakan untuk memperoleh HAp dari tulang *Lates calcarifer*. Menurut hasil XRD, karakteristik HAp dari tulang *Lates calcarifer* ditemukan saat sampel diberikan *treatment* suhu antara 600°C - 1000°C (Pal, 2017). Sementara penelitian lainnya didapat bahwa HAp dapat dihasilkan dari tulang Sheelavati dengan metode yang sama. Rentan suhu yang digunakan pada penelitian tersebut adalah 600°C - 1000°C. Hasil XRD dan FTIR menunjukkan bahwa karakteristik HAp muncul disemua sampel pada setiap rentan suhu (Sunil & Jagannatham, 2016).

Berdasarkan penjabaran diatas, penelitian ini akan membahas tentang produksi HAp yang berasal dari tulang ikan lele (*Calarias batracus*) dengan metode *heat treatment*. Suhu yang digunakan adalah 1000°C. Analisis data dilakukan untuk sampel tanpa pemanasan dan dengan pemanasan. Karakteristik HAp diidentifikasi dari data *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

METODE

Tulang ikan lele pertama kali dibersihkan dari kotoran dan sisa-sisa bagian tubuh lain (seperti daging ikan) menggunakan air mengalir. Selanjutnya tulang ikan lele direndam dengan aseton selama 48 jam dengan pergantian cairan aseton setiap 24 jam.

Kegiatan ini bertujuan untuk mempermudah proses pengeringan. Tulang ikan lele kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 4 jam dan dilanjutkan dengan penggilingan menggunakan *ball mill* hingga tulang ikan berbentuk serbuk. Kemudian serbuk tulang ikan lele dimasukkan ke *furnace* dan diberikan *treatment* suhu sebesar 1000°C selama 4 jam. Sampel hasil dari kegiatan ini kemudian dilanjutkan ke proses karakterisasi.

Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). XRD yang digunakan adalah Panalytical Type X'Pert Pro yang menggunakan radiasi CuK α dan FTIR yang digunakan adalah FTIR Thermo Nicolet iS10. XRD digunakan untuk mengidentifikasi sifat kristalografi sampel, seperti fase kristal, kristalinitas, dan parameter kisi, sedangkan FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi seperti OH⁻ dan PO₄³⁻ yang menjadi karakteristik dari gugus fungsi HAp.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis XRD

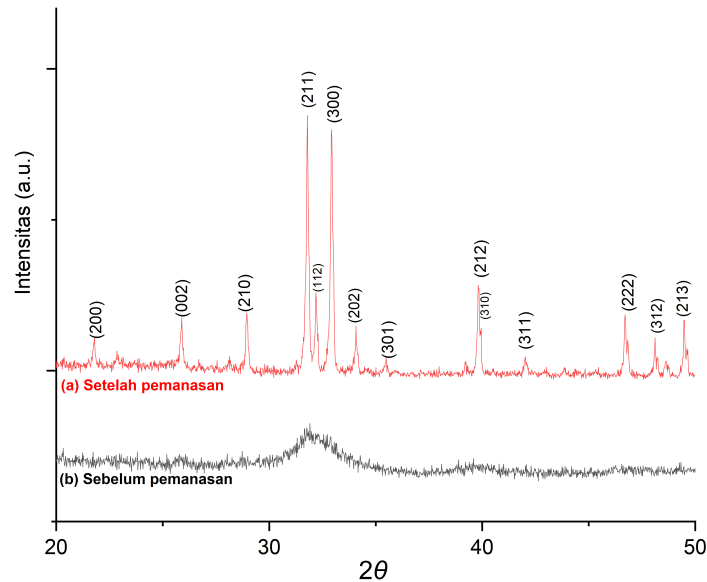
Gambar 1 menunjukkan pola spektrum hasil karakterisasi menggunakan XRD. Puncak-puncak spektrum memberikan informasi mengenai fasa kristal yang terbentuk. Fasa kristal ini diperoleh dari hasil komparasi puncak spektrum dengan data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) 09-0432. Pada spektrum sampel HAp setelah pemanasan terlihat puncak utama difraksi yang muncul adalah (211), (112) dan (300) yang berada pada sudut 31,78°, 32,19° dan 32,93°. Ketiga puncak tersebut merupakan karakteristik utama dari HAp. Pada beberapa jenis ikan seperti *T.crocodilus* dan Sheelavati, fase kalsium-fosfat berubah menjadi fase baru yakni fase β – tricalcium phosphate (β -TCP) ketika dipanaskan sebesar 1000°C. (Permatasari, 2019) (Sunil & Jagannatham, 2016). Namun hal ini tidak terjadi pada sampel HAp dari tulang ikan lele. Semua fase yang terlihat adalah fase HAp tanpa ada fase lain yang terbentuk.

Pada gambar terlihat pula bahwa terdapat perbedaan intensitas puncak spektrum yang terbentuk untuk sampel sebelum dan setelah dilakukan pemanasan 1000°C. Pola yang terbentuk pada spektrum sebelum pemanasan (b) merupakan pola untuk HAp dari tulang ikan yang bersifat amorfus, sedangkan pola yang terbentuk pada spektrum setelah pemanasan (a) merupakan pola HAp yang bersifat kristalin (Permatasari, 2019). Data ini didukung oleh data perhitungan mengenai kristalinitas dan FWHM pada Tabel 1. Sampel tanpa pemanasan memiliki kristalinitas lebih rendah

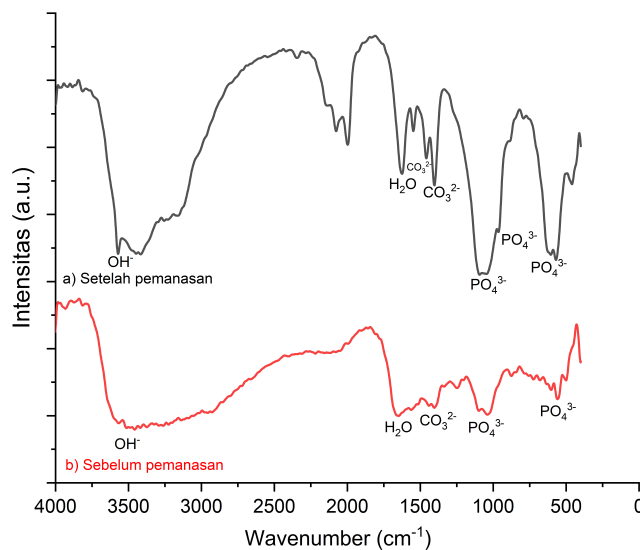
daripada sampel setelah pemanasan. Nilai FWHM untuk sampel tanpa pemanasan juga lebih besar daripada sampel setelah dipanaskan. Kedua data ini

Tabel 1. Kristalinitas, dan parameter kisi sebelum dan setelah pemanasan

Sampel	Konstanta kisi (Å)		Kristalinitas	
	a	c	Kristalinitas (%)	FWHM
Sebelum pemanasan	9.5	6.8	62	0.63
Setelah pemanasan	9.4	6.8	97	0.09



Gambar 1. Pola spektrum XRD sampel sebelum dan setelah pemanasan 1000°C



Gambar 2. Spektrum FTIR sampel sebelum dan setelah pemanasan 1000°C

menjadi pendukung bahwa kristalinitas sampel dengan pemanasan lebih besar daripada sampel tanpa pemanasan. Menurut Shi (2018), *treatment* suhu dapat meningkatkan kristalinitas suatu material.

Dapat diamati pula bahwa nilai parameter kisi *a* dan *c* untuk kedua sampel tidak mengalami perubahan secara signifikan. Menurut Sunil & Jagannatham (2016), *treatment* suhu hanya mengubah morfologi HAp serta ukuran kristal HAp. Semakin

besar suhu maka akan memunculkan banyak aglomerasi dan ukuran kristal semakin besar. Selama proses pemanasan, kristal-kristal HAp menyatu dan membentuk kristal yang lebih besar. Peristiwa ini tidak mempengaruhi parameter kisi a dan c . Parameter kisi a dan c serta volume unit sel akan tetap stabil walaupun sampel HAp diberikan pemanasan (Sunil & Jagannatham, 2016).

Analisis FTIR

Data FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terbentuk pada sampel HAp yang hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2. Pada gambar terlihat sampel memiliki gugus fungsi OH⁻, PO₄³⁻ dan CO₃²⁻. Ketiga gugus fungsi tersebut merupakan karakteristik dari HAp (Cahyanto, 2017). Ikatan *stretching mode* dari P-O dapat ditemukan pada panjang gelombang 1025-1044 cm⁻¹, sedangkan *bending mode* pada panjang gelombang 556 – 570 cm⁻¹ dan 601 – 607 cm⁻¹ (Sari dan Yusuf, 2018) (Pal, 2017). Pada penelitian ini ikatan *stretching mode* dari P-O muncul pada panjang gelombang 1041 cm⁻¹ dan *bending mode* pada panjang gelombang 563 cm⁻¹ dan 607 cm⁻¹. Selain itu ditemukan puncak yang paling intens yakni pada panjang gelombang 1101 cm⁻¹ yang mana merupakan puncak ikatan P-O (Pal, 2017).

Ikatan lainnya yakni ikatan O-H pada HAp akan muncul pada panjang gelombang 3550 – 3574 cm⁻¹ (Hossain, 2022) (Pal, 2017). Pada Gambar 2 terlihat bahwa ikatan O-H muncul pada panjang gelombang 3569 cm⁻¹. Menurut Pal (2018) puncak tersebut adalah puncak *stretching mode* dari ikatan O-H.

Gugus fungsi kalsium karbonat juga terlihat muncul pada data yakni pada panjang gelombang 1455 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik karbonat hidroksiapatit (CHAp) tipe B. CHAp tipe B merupakan HAp yang tersubstitusi ion karbonat (Anggraini, 2021). Ion karbonat juga muncul di beberapa HAp yang disintesis dari bahan natural lainnya. Ion karbonat ini diduga merupakan kandungan yang memang sudah ada pada bahan biogenik seperti pada tulang ikan (Sari dan Yusuf, 2018) (Permatasari, 2019).

KESIMPULAN DAN SARAN

Hidroksiapatit (HAp) telah berhasil diproduksi dari tulang ikan lele (*Calarias batracus*) dengan metode *heat treatment*. Karakteristik HAp terkonfirmasi dari data XRD dan FTIR. Berdasarkan data XRD, tidak ditemukan fase baru dari HAp yang diberikan *treatment* suhu. Proses pemanasan tidak mempengaruhi nilai konstanta kisi dari HAp. Perbedaan HAp sebelum dan setelah pemanasan

terletak pada kristalinitas sampel. Kristalinitas sampel dengan pemanasan akan lebih tinggi daripada sampel tanpa pemanasan. Selain itu berdasarkan data FTIR, gugus fungsi yang seharusnya muncul pada HAp juga terkonfirmasi pada beberapa panjang gelombang.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi Republik Indonesia dan Universitas Gadjah Mada (Program RTA 2019) atas dukungan dana penelitian ini. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada LPPT UGM yang telah memberikan fasilitas dan bantuan teknis.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggraini, R. M., dkk. 2021. Nanostructure of carbonated hydroxyapatite precipitation extracted from pearl shells (*Pinctada maxima*) by pH treatment. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*. Vol. 16, No. 4, p. 1619-1625
- Cahyanto, A., dkk. 2017. Fabrication of hydroxyapatite from fish bones waste using reflux method. *Materials Science and Engineering*. 172 012006
- Castro, dkk. 2022. Synthesis of hydroxyapatite by hydrothermal and microwave irradiation methods from biogenic calcium source varying pH and synthesis time. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. Volume 61 Issue 1 Pages 35-41
- Charlena, dkk. 2022. Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from Green Mussel Shell with Sol-Gel Method. *Jurnal Kimia VALENSI*. Volume 8, No. 2
- Cocolezzi, H.H., dkk. 2020. Natural hydroxyapatite from fishbone waste for the rapid adsorption of heavy metals of aqueous effluent. *Environmental Technology & Innovation*. 20,101109
- Hosaain, M. S., dkk. 2022. Crystallographic dependency of waste cow bone, hydroxyapatite, and b-tricalcium phosphate for biomedical application. *Journal of Saudi Chemical Society* . 26, 101559
- Hussin, M. S. F., dkk. 2022. Extraction of natural hydroxyapatite for biomedical applications—A review. *Heliyon* 8, e10356
- Maghsoodi, M. R., dkk. (2020). Dilemma of hydroxyapatite nanoparticles as phosphorus fertilizer: Potentials, challenges and effects

- on plants. *Environmental Technology & Innovation*, 19, 100869.
- Mustafa, N., dkk.2015. Hydroxyapatite extracted from Waste Fish Bones and Scales via Calcination Method. *Applied Mechanics and Materials*. Vols. 773-774, pp 287-290
- Pal, A., dkk. 2017. Synthesis of hydroxyapatite from Lates calcarifer fish bone for biomedical applications. *Materials Letters*. Volume 203 Pages 89-92
- Permatasari, H.A., dkk. 2019. Hydroxyapatite Extracted from Fish Bone Wastes by Heat Treatment. *Key Engineering Materials*, Vol. 840, pp 318-323.
- Sari, M., & Yusuf, Y. 2018. Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite based on Green Mussel Shells (*Perna viridis*) with Calcination Temperature Variation Using the Precipitation Method. *International Journal of Nanoelectronics and Materials*. Volume 11, No. 3 [357-370]
- Shi, P., dkk.2018. Characterization of natural hydroxyapatite originated from fish bone and its biocompatibility with osteoblasts. *Materials Science & Engineering*. 706–712
- Sunil, B.R. & Jagannatham, M. 2016. Producing hydroxyapatite from fish bones by heat treatment. *Materials Letters*. 185, 411–414
- Yusuf, Y., dkk. 2019. *Hidroksiapatit Berbahan Dasar Biogenik*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Yusuf, Y., dkk. 2021. *Karbonat Hidroksiapatit dari Bahan Alam*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.