

PREPARASI DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT BERPORI DARI TULANG IKAN

Ari Handayani, Sulistioso Giat S. dan Deswita

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

e-mail: arimulyono2@gmail.com

Diterima: 16 April 2012

Diperbaiki: 16 Agustus 2012

Disetujui: 10 September 2012

ABSTRAK

PREPARASI DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT BERPORI DARI TULANG IKAN.

Telah dilakukan pembuatan hidroksiapatit (HAp) berpori dengan bahan dasar limbah tulang ikan dan sebagai bahan porogen kitosan dengan metode kalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam. Analisis termogravimetri dilakukan dengan *Simultan Thermal Analyzer (STA)*, identifikasi fasa dilakukan dengan *X-Ray Diffractometer (XRD)*, analisis strukturmikro dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Analisis termogravimetri menunjukkan puncak penurunan berat pada suhu 365,6 °C dan setelah suhu 500 °C tidak terjadi penurunan berat lagi. Identifikasi fasa menunjukkan adanya fasa hidroksiapatit pada tulang ikan mentah dan tulang ikan setelah dikalsinasi pada 1.100 °C selama 5 jam. Hasil *SEM* menunjukkan strukturmikro berpori antar partikel pada tulang ikan mentah dan setelah kalsinasi 1.100 °C selama 5 jam dengan ukuran partikel sebesar 0,1 µm hingga 1,0 µm. Setelah penambahan kitosan, pori antar partikel yang terbentuk lebih merata dan jelas.

Kata kunci: Tulang ikan, Hidroksiapatit, Kitosan, *XRD*, *SEM*

ABSTRACT

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF POROUS HYDROXYAPATITE FROM FISH BONE.

Have been carried out making porous hydroxyapatite (HAp) with base material of fish bones waste, as porogen agent chitosan by the method of calcination at a temperature of 1100 °C for 5 hours. Thermogravimetric analysis performed by Simultaneous Thermal Analyzer (STA), the phase identification was done by X-Ray Diffractometer (XRD) and microstructure was analyzed by Scanning Electron Microscope (SEM). Thermogravimetric analysis showed the peak of weight loss at 365.6 °C and after 500 °C weight loss does not occur again. XRD pattern indicates the presence of hydroxyapatite phase on the raw fish bones and fish bones after calcined at 1100 °C for 5 hours. SEM results showed inter particle porous microstructure on raw fish bones and after calcining 1100 °C, 5 hours with a particle size of about 0.1 - 1.0 µm. After the addition of chitosan pores between the particles are formed more evenly and clearly.

Keywords: Fish bone, Hydroxyapatite, Chitosan, XRD, SEM

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit (HAp) adalah komponen organik kalsium fosfat berbasis biokeramik dengan bioafinitas tinggi mempunyai sifat biokompaktibilitas yang baik terhadap jaringan manusia [1,2]. Hidroksiapatit mempunyai peran penting antara lain sebagai bahan *implant* dalam bentuk bulk berpori, sebagai bahan pelapis tipis pada logam, bahan pengisi untuk penguat komposit dan sebagai isolasi *agent* [1,2].

HAp dapat diperoleh melalui sintesis dari kalsium dan garam fosfat melalui beberapa metode seperti hidrotermal [3], emulsi membran cair [4] dan

presipitasi [5-6]. Metode-metode tersebut diatas agak rumit dan prosesnya memakan waktu. Gelasi atau penuaan, pengeringan dan *sintering* juga membutuhkan kondisi reaksi yang tepat [7]. HAp dapat diproduksi dari sumber alami yang murah, tidak rumit dan pada umumnya digunakan metode kalsinasi termal untuk isolasi HAp alami [1-3].

Pada metode kalsinasi menunjukkan bahwa hidroksiapatit alami stabil pada suhu lebih rendah dari 1.100 °C. Suhu tertinggi dan ukuran yang lebih kecil akan menghasilkan hidroksiapatit terbaik [1]. Perlakuan panas tulang ikan pada 800 °C hingga 1.200 °C menyebabkan

tulang berubah menjadi HAp kristal. Pada 1.300 °C menjadi keramik HAp dan trikalsium fosfat (TCP). Sedangkan transformasi fasa dari HAp ke TCP terjadi pada suhu 1.250 °C [8].

Ikan mengandung limbah organik dengan komponen utamanya tulang. Tulang ikan memiliki porsi 10% dari total berat tubuh ikan, merupakan salah satu limbah pengolahan ikan [9]. Dalam tepung tulang ikan mengandung kalsium sebesar 23,72% hingga 39,24% dan fosfor sebesar 11,34% hingga 14,25% [9]. Limbah tulang ikan ini dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan hidroksiapatit [10].

HAp berpori saat ini menjadi kebutuhan yang mendasar bagi rekonstruksi tulang yang patah atau retak. Pori yang terbentuk berfungsi sebagai media pembentukan jaringan sel tulang yang tumbuh, sehingga dapat meningkatkan regenerasi tulang dengan baik [11]. Ukuran pori untuk memungkinkan pertumbuhan tulang bersamaan dengan sirkulasi darah sebesar 100 µm hingga 150 µm. Ukuran pori 50µm dapat menghasikan pembentukan *osteoid* [12].

Sebagai bahan porogen digunakan polimer yang memiliki sifat biokompatibel, tidak beracun dan *biodegradable* [13]. Polimer ini antara lain kitosan, poli vinil alkoho (PVA) dan pati.

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan hidroksiapatit (HAp) berpori, dengan bahan dasar tulang ikan dan sebagai porogen digunakan kitosan. Metode yang digunakan kalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam.

METODE PERCOBAAN

Sebagai bahan yang digunakan antara lain : limbah tulang ikan dari Cilincing, alkohol, asam asetat 1M, kitosan, larutan ammonia dan air demineralisasi.

Alat yang digunakan antara lain : alat-alat gelas, perangkat *ultrasonic cleaner*, oven, *High Energy Milling (HEM)*, *Furnace*, *X-Ray Diffractometer (XRD)* Shimadzu XD 610, *Scanning Electron Microscope (SEM)* Model JSM-6510LA JEOL dan alat *Simultan Thermal Analyzer (STA)* Setaram TGA 24S.

Cara Kerja

Pembuatan HAp dilakukan sebagai berikut : Tulang ikan dicuci dengan alkohol, pertama dengan direndam dan diaduk selama 1 jam, selanjutnya pencucian dalam *ultrasonic cleaner* selama 1 jam. Dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C, sebagai sampel tulang ikan mentah. Kemudian terhadap tulang ikan mentah dilanjutkan kalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam. Dihaluskan dengan *HEM* selama 6 jam.

Sedangkan pembuatan hidroksiapatit berpori. dengan cara sebagai berikut : Dibuat larutan kitosan 16 gram/mL dalam asam asetat 1M. Dituangkan

HAp ke dalam larutan kitosan dengan perbandingan HAp : kitosan = 10 : 1, diatur pH sebesar 11 dengan larutan ammonia. Dilakukan pengadukan selama 5 jam pada 300 rpm, endapan yang terbentuk kemudian didiamkan selama 24 jam. Dilanjutkan penyaringan dan pencucian berulang hingga netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C. Penggerusan dan kalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam.

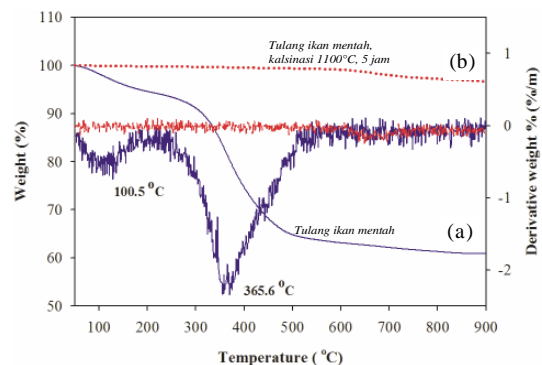
Karakterisasi meliputi identifikasi fasa, strukturmikro dan termogravimetri. Identifikasi fasa digunakan alat *X-Ray Diffraction (XRD)* Shimadzu XD 610. Pengamatan strukturmikro digunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* Model JSM-6510LA JEOL dan termogravimetri digunakan alat *Simultan Thermal Analyzer (STA)* Setaram TGA 24S.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis termogravimetri berhubungan dengan dekomposisi dan komponen organik pada tulang, ditunjukkan pada Gambar 1. Dari Gambar 1(a) terlihat bahwa pada rentang suhu 200 °C hingga 500 °C terjadi arah pengurangan berat. Ini menunjukkan bahwa pencucian dan pengeringan yang telah dilakukan tidak dapat sepenuhnya menghilangkan senyawa organik terutama pada bagian dalam tulang. Seperti penelitian sebelumnya, komponen organik pada jaringan tulang tereliminasi pada suhu 400 °C [13,15].

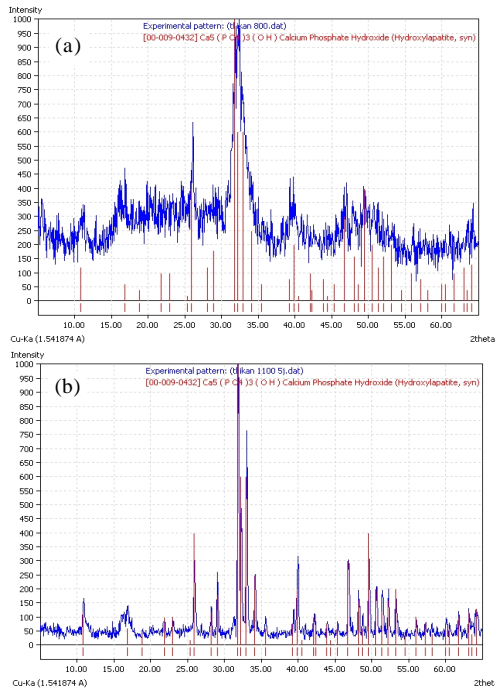
Dari Gambar 1(a) menunjukkan puncak pengurangan berat pada 365,6 °C dan pada rentang suhu 500 °C hingga 800 °C pengurangan berat tidak signifikan, yang dapat diartikan bahwa bahan komponen telah banyak yang hilang. Sedangkan pada kurva tulang ikan setelah kalsinasi pada 1.100 °C selama 5 jam diperlihatkan pada Gambar 1(b). Dari Gambar 1(b) tersebut bahwa menunjukkan tidak terlihatnya pengurangan berat yang signifikan pada rentang suhu 200 °C hingga 800 °C, artinya setelah kalsinasi komponen organik dalam tulang sudah hilang.

Identifikasi fasa ditunjukkan pada Gambar 2, untuk pola difraksi sinar-X tulang ikan mentah dan tulang ikan kalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam. Identifikasi



Gambar 1. Kurva termogravimetri : (a). kurva tulang ikan mentah dan (b). kurva tulang ikan kalsinasi 1.100 °C selama 5 jam

Preparasi dan Karakterisasi Hidroksiapatit Berpori dari Tulang Ikan (Ari Handayani)



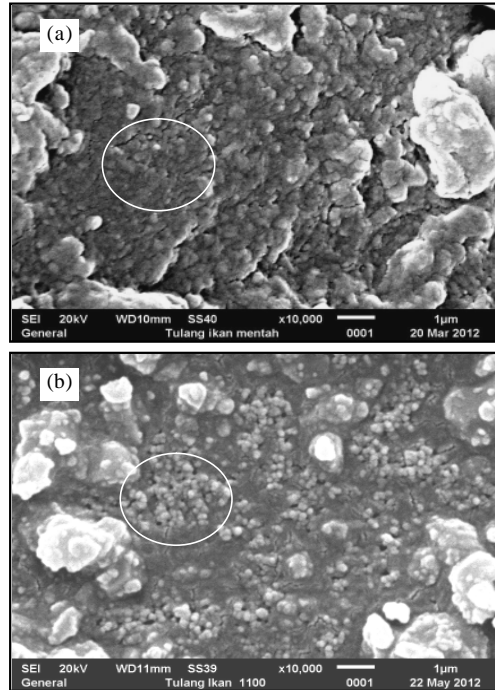
Gambar 2. (a). Pola difraksi sinar-X tulang ikan mentah dan (b). Pola difraksi tulang ikan kalsinasi pada suhu 1.100 °C.

fasa mengacu pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) No. 09-0432* dan dibandingkan dengan pola standar hidroksiapatit Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂.

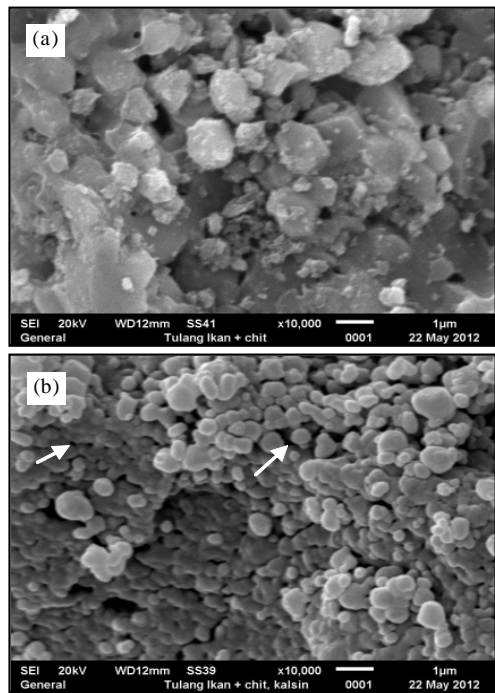
Terlihat pada pola difraksi tulang ikan mentah (Gambar 2(a)), menunjukkan adanya fasa kristalin yang tercampur dengan fasa amorf dan berdasarkan *JCPDS No. 09-0432* terdeteksi adanya fasa hidroksiapatit. Artinya tulang ikan adalah mineral hidroksiapatit biologis dengan kristalinitas yang sangat rendah.

Pada pola difraksi tulang ikan yang telah dikalsinasi pada 1.100 °C selama 5 jam (Gambar 2(b)) terlihat jelas puncak kristalin dan tidak tercampur dengan fasa amorf. Berdasarkan *JCPDS No. 09-0432* yang ada hanya fasa kristalin dari hidroksiapatit. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya [13-16] yang menyatakan bahwa pemanasan tulang sampai dengan suhu 1.200 °C hanya terbentuk fasa hidroksiapatit, tetapi bila sampai pada 1.300 °C akan terbentuk campuran hidroksiapatit dan kalsium karbonat.

Analisis strukturmikro dengan *SEM* ditunjukkan pada Gambar 3 dan Gambar 4. Strukturmikro tulang ikan mentah tidak menunjukkan pori antar partikel yang jelas (Gambar 3(a)). Karena tulang ikan mentah mengandung HAp berkarbonasi, kalogen, protein dan air. Setelah dikalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam (Gambar 3(b)) menunjukkan terbentuk pori-pori diantara partikel yang lebih jelas. Hal ini disebabkan komponen organik yang terkandung dalam tulang ikan sudah hilang, sehingga yang tertinggal hanya HAp, namun masih terlihat adanya aglomerasi antar partikel.



Gambar 3. Strukturmikro HAp (tulang ikan) (a). Tulang Ikan mentah, (b). Tulang Ikan kalsinasi 1.100°C 5 jam.



Gambar 4. Strukturmikro HAp (tulang ikan) (a). Tulang Ikan + Chitosan, sebelum kalsinasi, (b). Tulang Ikan + Kitosan, kalsinasi 1.100°C 5 jam

Setelah penambahan porogen kitosan ditunjukkan pada Gambar 4, terlihat tulang ikan yang telah ditambah dengan kitosan sebelum dilakukan kalsinasi, terlihat strukturmikro adanya bahan pengikat diantara partikel-partikel. Setelah dilakukan kalsinasi pada 1.100 °C selama 5 jam (Gambar 4(b)) menunjukkan strukturmikro hidroksiapatit dengan pori antar partikel yang lebih jelas dan lebih teratur. Hal ini menunjukkan

bahwa dengan kalsinasi menghilangkan komponen organik dalam tulang ikan dan kitosan serta dengan penambahan kitosan dapat membentuk pori antar partikel lebih jelas dan lebih teratur dengan ukuran pori berkisar pada 0,1 μm hingga 1,0 μm . Partikel yang terbentuk mempunyai ukuran sebesar 0,1 μm hingga 1,0 μm .

KESIMPULAN

Dengan metode kalsinasi pada suhu 1.100 °C selama 5 jam pada tulang ikan terbentuk fasa kristalin dari hidroksiapatit. Setelah penambahan porogen kitosan terbentuk hidroksiapatit dengan pori antar partikel yang lebih teratur dengan ukuran pori berkisar pada 0,1 μm hingga 1,0 μm dan ukuran partikel berkisar pada 0,1 μm hingga 1,0 μm .

DAFTAR ACUAN

- [1]. J. JURADA, M. SONTANG, E. A. GHAPUR and M.I.N. ISA, Preparation and Characterization of Hydroxyapatite from Fishbone, *UMTAS*, (2011)
- [2]. K. PRABAKARAN and S. RAJESWARI, *Trends Biomater. Artif. Organs*, **20** (1) (2006) 20-23
- [3]. ZHANG, H., ZHOU, K., LI, Z., HUANG, S., *J. Phys. Chem. Solids*, **70** (2009) 243-248
- [4]. JARUDILOKKUL, S., TANTHAPANICHAKOON, W., BOONAMNUAYVITTAYA, V., *Colloid Surface. A*, **296** (2007) 149-153
- [5]. SARIG, S., KAHANA, F., *J. Cryst. Growth*, **237** (2002) 55-59
- [6]. MONMATURAPOJ, N., *J. Met. Mater. Miner.*, **18** (2008) 15-20
- [7]. JAYACHANDRAN VENKATESAN and SE KWON KIM, *Material*, **3** (2010) 4761-4772
- [8]. MASAKUNI OZAWA and SUGURU SUZUKI, *J. Am. Ceram. Soc.*, **85** (5) (2002) 1315-1317
- [9]. MUHAMMAD NABIL, *Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Tuna (Thunnus sp.) Sebagai Sumber Kalsium dengan Metode Hidrolisis Protein*, Institut Pertanian Bogor, (2005)
- [10]. NURJANAHDONGORAN, LILIK KUSTIYAH, SRI ANNA MARLIYATI, *Media Gizi dan Keluarga*, **31** (1) (2007) 71-79
- [11]. PANE M.S., Penggunaan hidroksiapatit Sebagai Bahan Dental Implant, *Skripsi Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Sumatra Utara*, Medan, (2004)
- [12]. SOPYAN I., MELM., RAMESH S., KHALID K.A., *Scie. Tech. of Adva. Mat.*, **8** (2007) 116-123
- [13]. PENICHE C., SOLIS Y., DAVIDENKO N., GARCIA R., *Biotechno Apl*, **27** (3) (2010) 202-210