

**EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI
LIMBAH KERAJINAN TULANG SAPI MENGGUNAKAN METODE
KOMBINASI ALKALI HIDROTERMAL DENGAN DEKOMPOSISI TERMAL**

I Gede Andy Andika Parahita*, I Nengah Simpen, dan Ni Gusti Ayu Made Dwi Adhi Suastuti

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran, Bali

**E-mail : andika.parahita@gmail.com*

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengekstraksi hidroksiapatit dari limbah kerajinan tulang dan mengkaraktisasinya. Metode yang digunakan adalah metode kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal, yang dilakukan dengan cara menginteraksikan serbuk tulang dengan NaOH 5% dan dikalsinasi pada suhu 400, 750, 950 dan 1100°C (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄). Nilai *yield* hidroksiapatit rata-rata yang dihasilkan adalah 68,82%. Karakterisasi kebasaaan permukaan tertinggi dimiliki TB₁ adalah $2,8345 \pm 1,5166 \times 10^{-2}$ mmol/gram. Karakterisasi FTIR menghasilkan gugus fungsi yang sesuai dengan senyawa hidroksiapatit. Luas permukaan tertinggi dimiliki TB₁ adalah 34,4811 m²/gram. Perbandingan Ca/P rata-rata yang didapatkan adalah 1,6838. Karakterisasi XRD menunjukkan penambahan suhu mengakibatkan puncak difraksi yang dihasilkan semakin tajam yang menunjukkan struktur kristal yang dihasilkan semakin tajam.

Kata kunci : hidroksiapatit, ekstraksi, karakterisasi, alkali hidrotermal, dekomposisi termal

ABSTRACT

The aims of this research were to extract and characterize hydroxyapatite from cow bone that got from biowaste. The combination of alkaline hydrothermal with thermal decomposition method was used in this research. The raw cow bone was interacted with 5% NaOH and then calcinated at 400, 750, 950 and 1100°C (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄). The *yield* average of the hydroxyapatite was 68,82%. Surface basicity characterization showed that the highest surface base was $2,8345 \pm 1,5166 \times 10^{-2}$ mmol/gram in TB₁. Characterization of FTIR result showed the functional groups indicate hydroxyapatite molecule. The highest surface area was 34,4811 m²/gram in TB₁. Average Ca/P ratio was 1,6838. XRD characterization result suggested that increasing temperature in calcination caused the diffraction peak sharper.

Keywords : hydroxyapatite, extraction, characterization, alkaly hydrothermal, thermal decomposition

PENDAHULUAN

Tulang merupakan jaringan hidup yang terdiri atas 20-30% fase organik, 60-70% fase anorganik dan sekitar 5% air. Tulang mengandung bahan organik berupa kolagen dan terdapat senyawa lain dalam konsentrasi kecil seperti lipid dan protein non-kolagen, dan bahan anorganik berupa hidroksiapatit (HAp) dengan rumus kimia Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ sebagai komponen utama serta

kandungan ion lain seperti magnesium, flourida dan natrium (Samuel *et al.*, 1985).

Hidroksiapatit (HAp) adalah sebuah molekul kristalin yang intinya tersusun dari fosfor dan kalsium dengan rumus molekul Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ yang termasuk di dalam keluarga senyawa kalsium fosfat. Hidroksiapatit yang berasal dari tulang sapi telah secara luas dipergunakan untuk mencangkok, memperbaiki, mengisi atau mengganti tulang, dan dalam pemeliharaan jaringan gigi karena sifat biokompatibel

yang sangat baik dengan jaringan keras, bioaktivitas dalam membangun kembali jaringan tulang yang telah rusak dan juga di dalam jaringan lunak (Kusrini and Sontang, 2012). Selain itu, hidroksiapatit juga telah banyak diaplikasikan sebagai katalis, pendukung katalis dan adsorben, karena struktur penyusunnya yang berpori, inert, awet dan dapat berfungsi sebagai penukar kation (Wahl dan Czernuszka, 2006). Hidroksiapatit dapat dibuat dengan cara sintesis menggunakan beberapa metode diantaranya iradiasi ultrasonik (Liu *et al.*, 2004), emulsi membran cair (Jarudilokkul *et al.*, 2007), radiasi metatesis gelombang mikro (Parhia *et al.*, 2004), iradiasi cepat gelombang mikro (Sarig dan Kahana, 2002), RF plasma termal (Xu *et al.*, 2004), presipitasi kimia (Pang dan Bao, 2003), mikroemulsi (Guo *et al.*, 2005) dan hidrolisis (Shih *et al.*, 2004). Namun, proses sintesis ini relatif rumit dan tidak aman secara biologis. Hidroksiapatit alami berasal dari limbah tulang sapi menggunakan beberapa metode telah dipelajari sebelumnya melalui beberapa penelitian, diantaranya teknik kalsinasi (Sobczak *et al.*, 2009), waktu sintering dan temperatur (Kusrini dan Sontang, 2011) serta proses subkritis air, hidrolisis alkali hidrotermal dan dekomposisi termal (Barakat *et al.*, 2009).

Berdasarkan metode sintesis dan ekstraksi hidroksiapatit yang sudah dipelajari sebelumnya menimbulkan upaya untuk mencari metode alternatif lain yang lebih ekonomis, ramah lingkungan, aman dari sisi biologi dan menyederhanakan rumitnya produksi hidroksiapatit dengan cara sintesis yaitu ekstraksi hidroksiapatit dari limbah kerajinan tulang menggunakan metode kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal dan karakterisasinya. Karakterisasi hidroksiapatit menggunakan metode titrasi asam basa, metode adsorpsi metilen biru, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), LIBS (*Laser Induced Breakdown Spectroscopy*) dan XRD (*X-ray Diffraction*). Titrasi asam basa digunakan untuk menentukan kebasaaan permukaan secara kuantitatif, sedangkan secara kualitatif dilakukan dengan menggunakan FTIR. Metode metilen biru digunakan untuk mengetahui luas permukaan spesifik senyawa hidroksiapatit hasil ekstraksi. LIBS digunakan untuk mengetahui seberapa besar rasio kelimpahan atom Ca dan P senyawa hasil ekstraksi dan XRD digunakan untuk

mengidentifikasi jenis senyawa serta derajat kristalinitas senyawa hasil ekstraksi.

MATERI DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah serbuk kerajinan tulang sapi yang berasal dari pengerajin ukiran tulang sapi di Banjar Tegal Suci, Desa Tampaksiring, Gianyar. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini meliputi aseton, phenolphthalein (pp), NaOH, HCl, asam oksalat, metilen biru dan akuades.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan adalah pipet volume, gelas ukur, gelas beker, erlenmeyer, labu ukur, mortar, ayakan 400 μm , oven (*furnace*), desikator, pengaduk magnetik, cawan porselin, bola hisap, timbangan analitik dan pencatat waktu. Peralatan instrumentasi meliputi spektrofotometer UV-Vis, spektrofotometer infra merah (FTIR), LIBS dan difraksi sinar-X (XRD).

Cara Kerja

Preparasi Serbuk Tulang

Serbuk limbah tulang sapi dicuci menggunakan aseton dan akuades untuk menghilangkan kandungan lemak serta kotoran seperti tanah dan pasir yang tercampur pada serbuk tulang. Serbuk tulang dikeringkan pada suhu 160°C selama 12 jam dengan menggunakan oven (Barakat *et al.*, 2009). Serbuk tulang yang sudah kering diayak dengan menggunakan ayakan 400 μm , selanjutnya serbuk tulang diletakkan dalam wadah botol kaca dan diberi kode T₀ serta disimpan dalam desikator.

Ekstraksi Hidroksiapatit Menggunakan Metode Kombinasi Alkali Hidrotermal dengan Dekomposisi Termal

Sebanyak 500 gram serbuk tulang T₀ dicampur NaOH 5% sebanyak 750 mL. Campuran kemudian direfluks selama 3 jam pada suhu 70°C. Selanjutnya, masing – masing sebanyak 100 gram sampel serbuk tulang hasil alkali hidrotermal didekomposisi termal dengan variasi suhu 400°C, 750°C, 900°C dan 1100°C selama 6 jam. Masing-masing serbuk tulang hasil dekomposisi termal diberi kode TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄. Hasil dekomposisi termal selanjutnya dikarakterisasi

(Barakat *et al.*, 2009; Wahl and Czernuszka, 2006).

Karakterisasi Kebasaan Permukaan Hidroksiapatit

Kebasaan permukaan hidroksiapatit dilakukan menggunakan sampel serbuk tulang hasil ekstraksi menggunakan kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄). Sebanyak 1,0 gram sampel serbuk tulang dari masing-masing perlakuan dimasukkan ke dalam masing-masing erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 10,0 mL larutan HCl 0,3 M sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 15 menit. Campuran ditambahkan 3-4 tetes phenolphthalein (pp). Campuran dititrasi dengan larutan NaOH 0,3 M hingga terjadi perubahan warna dari awalnya tidak berwarna menjadi berwarna merah muda. Untuk menghitung kebasaan permukaan hidroksiapatit digunakan persamaan sebagai berikut :

$$K_{HAP} = \frac{\text{mmol HCl}_{awal} - \text{mmol HCl}_{bebas}}{\text{berat sampel}}$$

(Kumar *et al.*, 1995).

Karakterisasi Gugus Fungsi Hidroksiapatit Menggunakan FTIR

Sebanyak 0,3 gram masing-masing sampel hidroksiapatit kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄), ditambahkan serbuk KBr kemudian diidentifikasi menggunakan FTIR Shimadzu IR Prestige-21 dengan rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. Hasil analisis yang didapatkan berupa spektra dan data puncak karakteristik serta intensitas dari spektra yang diperoleh (Shaltout *et al.*, 2011).

Karakterisasi Luas Permukaan Hidroksiapatit Menggunakan Metode Metilen Biru

Sampel hidroksiapatit kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄) masing-masing sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam Erlenmeyer yang berisi larutan metilen biru 50 ppm sebanyak 20,0 mL, diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit untuk mengetahui waktu kontak maksimum metilen biru dengan sampel. Larutan hasil pengadukan disaring menggunakan kertas saring, dan nilai absorbansinya diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada 664,1 nm untuk

mendapatkan berat penyerapan maksimum (mg/g). Luas permukaan ditentukan menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$S = \frac{X_m \cdot N \cdot a}{M_r}$$

Dimana :

- s = luas permukaan hidroksiapatit (m²/g)
- N = bilangan avogadro (6,022 x 10²³ mol⁻¹)
- X_m = berat metilen biru yang terserap (mg/g)
- a = luas penutupan 1 molekul metilen biru (197 x 10⁻²⁰ m²)
- M_r = berat molekul metilen biru (320,5 g/mol)
(Lowell and Shields, 1984).

Karakterisasi Kelimpahan Atom Ca/P Hidroksiapatit Menggunakan LIBS

Sampel hidroksiapatit kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄) dianalisis menggunakan instrumen LIBS (*Laser Induced Breakdown Spectroscopy*) Ocean Optics untuk mengetahui perbandingan kelimpahan unsur Ca/P dalam sampel hidroksiapatit (Kasem *et al.*, 2013).

Karakterisasi Kristalinitas Hidroksiapatit Menggunakan XRD

Sampel hidroksiapatit kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄) dianalisis menggunakan XRD Shimadzu ZD 610 diffraktometer dengan CuKα sebagai sumber radiasinya. Komposisi fase kristalin diidentifikasi dan dicocokkan berdasarkan referensi yang terdapat pada standar data JCPDS. (JCPDS, 1996).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tahap preparasi dilakukan dengan merendam sampel serbuk tulang menggunakan aseton untuk menghilangkan zat organik seperti lemak dan perotein kemudian dibilas dengan akuades untuk menghilangkan debu dan kotoran yang masih tercampur pada serbuk tulang. Serbuk tulang kemudian dikeringkan pada oven 160°C selama 12 jam untuk menghilangkan molekul air yang masih terperangkap pada serbuk tulang. Selanjutnya 500 gram serbuk tulang direfluks menggunakan NaOH 5% sebanyak 750 mL pada suhu 70°C selama 6 jam dan dikeringkan pada suhu 250°C. Serbuk tulang yang dihasilkan

berwarna putih keabuan. Serbuk tulang kemudian dikalsinasi menggunakan variasi suhu 400, 750, 950 dan 1100°C selama masing-masing 6 jam (TB₁, TB₂, TB₃ dan TB₄). Variasi suhu digunakan untuk mengetahui perbedaan karakter fisik hidroksiapatit yang dihasilkan. Perbedaan warna hidroksiapatit dapat dilihat dari sampel hidroksiapatit TB₁ yang menghasilkan sampel berwarna putih keabuan dan pada sampel TB₂ hingga TB₄ menghasilkan warna sampel berwarna putih. Perubahan warna menunjukkan adanya proses dekomposisi unsur pengisi tulang yaitu zat organik diantaranya lemak dan protein pada saat kalsinasi. (Kusrini and Sontang, 2012).

Nilai Yield Hidroksiapatit

Nilai *yield* hidroksiapatit merupakan persentase berat hidroksiapatit yang dihasilkan setelah melalui proses kalsinasi yang dibandingkan dengan berat serbuk tulang sebelum kalsinasi. Nilai *yield* yang dihasilkan ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai *Yield* Hidroksiapatit Menggunakan Metode Kombinasi Alkali Hidrotermal Dengan Dekomposisi Termal

Sampel	Yield (%)
TB ₁	71,71
TB ₂	68,21
TB ₃	68,03
TB ₄	67,34

Berdasarkan Tabel 1, nilai *yield* hidroksiapatit rata-rata yang dihasilkan sebesar 68,82% atau terjadi penurunan massa sebesar 31,18%, sesuai dengan penelitian Ooi *et al* (2007) yang menunjukkan penurunan massa sampel hingga 33% yang disebabkan hilangnya molekul air dan zat organik dalam sampel serbuk tulang. Nilai *yield* pada Tabel 1 juga menunjukkan bahwa persentase berat hidroksiapatit menurun seiring dengan kenaikan suhu kalsinasi. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi perubahan komposisi penyusun hidroksiapatit yang disebabkan karena pada suhu tinggi zat organik yang terurai sempurna, sehingga hidroksiapatit yang dihasilkan menjadi lebih murni (Pang dan Bao, 2003).

Karakterisasi Hidroksiapatit Kebasaaan Permukaan Hidroksiapatit

Karakterisasi kebasaaan permukaan hidroksiapatit dilakukan untuk mengetahui jumlah situs basa yang terdapat pada sampel hidroksiapatit. Jumlah situs basa yang terdapat pada sampel hidroksiapatit dianalisis menggunakan metode titrasi asam basa. Nilai kebasaaan permukaan dan jumlah situs aktif hidroksiapatit ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai Kebasaaan Permukaan dan Jumlah Situs Aktif Hidroksiapatit

Sampel	Kebasaaan permukaan (mmol/gram)	Jumlah situs aktif (situs/gram)
TB ₁	2,8345±1,5166x10 ⁻²	17,0694 x 10 ²⁰
TB ₂	2,2750±1,4832x10 ⁻²	13,7001 x 10 ²⁰
TB ₃	2,1535±1,5166x10 ⁻²	12,9684 x 10 ²⁰
TB ₄	2,1030±1,4491x10 ⁻²	12,6643 x 10 ²⁰

NaOH yang digunakan dalam hal ini melarutkan senyawa organik seperti sisa lemak dan protein yang masih terikat dalam tulang, sehingga situs basa yang terbentuk menjadi bertambah, dimana lemak dan protein dengan kandungan awal yang cukup tinggi pada tulang dapat diminimalisir dan situs basa yang tertutupi menjadi terbuka. Namun nilai kebasaaan permukaan hidroksiapatit menurun seiring dengan kenaikan suhu kalsinasi. Adanya penurunan kebasaaan permukaan hidroksiapatit ini disebabkan oleh penutupan situs aktif karena terjadi perubahan struktur hidroksiapatit seiring dengan kenaikan suhu. Hal ini menunjukkan bahwa kristalinitas hidroksiapatit semakin kompak pada suhu tinggi sehingga pori yang awalnya berbentuk makropori menjadi mikropori dan nanopori yang mengakibatkan menurunnya situs basa yang didapatkan. (Han *et al.*, 2007).

Gugus Fungsi Hidroksiapatit

Gugus fungsi hidroksiapatit diidentifikasi menggunakan FTIR dan menghasilkan data berupa spektra FTIR yang ditampilkan pada Gambar 1.

Berdasarkan Gambar 1 mengenai spektra FTIR hidroksiapatit kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal pada penelitian dan bilangan gelombang yang terdeteksi dirangkum pada Tabel 3.

Tabel 3 menunjukkan gugus fungsi yang muncul pada spektra FTIR yang ditunjukkan oleh

Gambar 1.

Tabel 3. Bilangan Gelombang Spektra FTIR Hidroksiapatit Kombinasi Alkali Hidrotermal dengan Dekomposisi Termal

Dugaan gugus fungsi (Ooi <i>et al.</i> 2007; Laghzizil <i>et al.</i> 2001)	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			
	TB ₁	TB ₂	TB ₃	TB ₄
O-H	636,51; 3570,24	651,94; 3572,17; 3643,53	650,01; 3568,31; 3655,11	655,8; 3495,01; 3570,24; 3643,53
Ca-O	1419,61; 1469,76	1409,96; 1458,18	1438,9	1408,04
PO ₄ ³⁻	624,94; 960,55; 1010,7	960,55; 1008,77	960,55; 1074,35	960,55; 1012,63; 1082,07
CO ₃ ²⁻	873,75	896,90	-	-

Gugus fungsi yang muncul merupakan gugus fungsi O-H, Ca-O, dan PO₄³⁻ yang sesuai dengan struktur hidroksiapatit. Puncak dari gugus-gugus yang terbentuk semakin tajam berbanding lurus dengan kenaikan suhu kalsinasi, yang menunjukkan bahwa peningkatan suhu kalsinasi mengakibatkan penyempitan lebar puncak, intensitas meningkat sehingga gugus – gugus fungsi senyawa hidroksiapatit yang terkandung dalam sampel semakin jelas diidentifikasi sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ooi *et al.* (2007) dan Laghzizil *et al.* (2001).

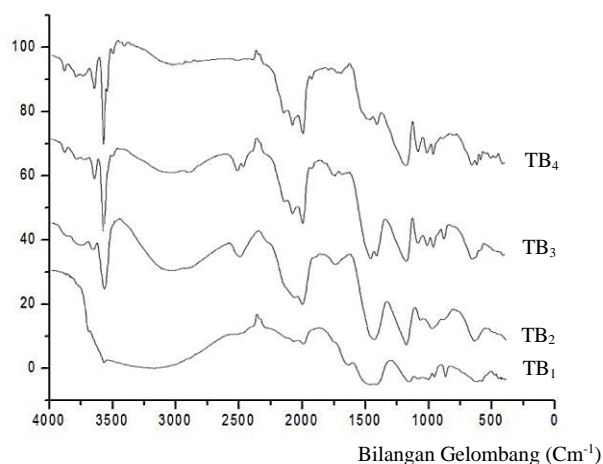
Selain itu, muncul pula gugus CO₃²⁻ yang hanya ditemui pada sampel TA₁ dan TA₂. Hal ini disebabkan peningkatan suhu mengakibatkan unsur CO₃²⁻ dalam sampel semakin berkurang hingga akhirnya menghilang pada sampel TA₃ yang dikalsinasi pada suhu 950°C karena penggunaan suhu lebih dari 800°C terjadi reaksi dekarboksilasi pada struktur hidroksiapatit (Shaltout *et al.*, 2011).

Luas Permukaan Hidroksiapatit

Luas permukaan hidroksiapatit diidentifikasi dengan metode adsorpsi metilen biru. Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis filtrat metilen biru adalah 664,1 nm sesuai dengan panjang gelombang maksimum larutan metilen biru. Luas permukaan hidroksiapatit ditampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Luas Permukaan Serbuk Tulang, Dekomposisi Termal dan Modifikasi Alkali Hidrotermal dengan Dekomposisi Termal

Sampel	S (m ² /g)
TB ₁	34,4811
TB ₂	32,8413
TB ₃	30,5238
TB ₄	29,9323



Gambar 1. Spektra FTIR Hidroksiapatit Kombinasi Alkali Hidrotermal dengan Dekomposisi Termal

Luas permukaan tertinggi dimiliki sampel TB₁ yaitu sebesar 34,4811 m²/g dan luas permukaan menurun seiring dengan bertambahnya suhu kalsinasi. Hal ini dapat disebabkan karena pada saat proses alkali hidrotermal, NaOH yang digunakan dapat melarutkan pengotor sehingga mulut pori menjadi lebih terbuka. Selain itu, OH⁻ yang terikat pada situs dapat mengikat metilen biru lebih banyak, namun dengan bertambahnya suhu, situs yang terbentuk terlepas kembali sehingga mengurangi luas permukaan hidroksiapatit (Shaltout *et al.*, 2011).

Perbandingan Unsur Ca/P Hidroksiapatit

Perbandingan unsur Ca/P diidentifikasi menggunakan LIBS (*Laser Induced Breakdown Spectroscopy*) yang menghasilkan data berupa intensitas unsur yang dinyatakan dalam satuan *atomic unit* (a.u.). Perbandingan unsur Ca/P ditampilkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Data Perbandingan Ca/P Hidroksiapatit

Sampel	Perbandingan Ca/P
TB ₁	1,6828
TB ₂	1,6849
TB ₃	1,6798
TB ₄	1,6877

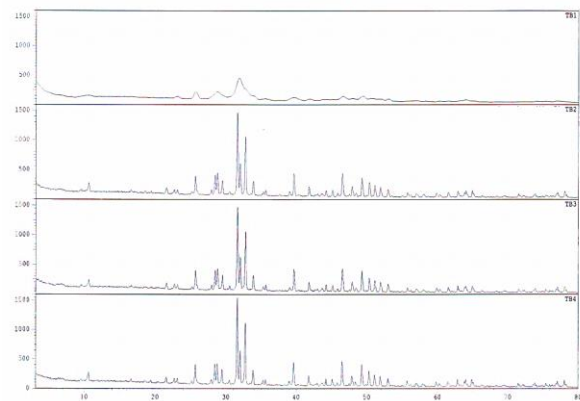
Berdasarkan Tabel 5 dapat diketahui bahwa perbandingan unsur Ca/P hidroksiapatit rata-rata adalah sebesar 1,68. Hal ini mendekati nilai perbandingan unsur Ca/P pada penelitian yang dilakukan oleh Ooi *et al* (2007) yang menunjukkan bahwa hidroksiapatit yang diperoleh mendekati murni. Hidroksiapatit yang mendekati murni diduga didapatkan karena pada saat pencucian menggunakan basa panas pada proses alkali hidrotermal menghilangkan zat organik seperti protein dan lemak (Samuel *et al.*, 1985)

Kristalinitas Hidroksiapatit

Kristalinitas hidroksiapatit diidentifikasi menggunakan XRD dengan cara membandingkan nilai puncak-puncak difraktogram yang diperoleh dengan nilai puncak-puncak difraktogram pada *database JCPDS no 9-432* (XRD JCPDS file no.9-432, 1996). Puncak-puncak difraktogram hidroksiapatit yang dihasilkan ditampilkan pada Gambar 2.

Pola difraktogram pada Gambar 2 menunjukkan bahwa hidroksiapatit kombinasi alkali

hidrotermal dengan dekomposisi termal menunjukkan puncak menyempit (tajam) seiring dengan kenaikan suhu pemanasan. Hal ini terjadi karena kristalinitas yang terbentuk semakin baik dan kompak. Puncak tertinggi pada masing-masing sampel kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal adalah pada sampel TB₁ dengan intensitas 100 memiliki sudut 2θ 31,927 serta *d-spacing* 0,280 nm. Sampel TB₂ dengan intensitas 100 memiliki sudut 2θ 31,571 serta *d-spacing* 0,283 nm. Sampel TB₃ dengan intensitas 100 memiliki sudut 2θ 31,582 serta *d-spacing* 0,283 nm. Sampel TB₄ dengan intensitas 100 memiliki sudut 2θ 31,559 serta *d-spacing* 0,283 nm. Puncak tersebut mendekati *database JCPDS no 9-432* dimana puncak tertinggi hidroksiapatit murni dengan intensitas 100 memiliki sudut 2θ 31,77 dan *d-spacing* 0,281 nm.



Gambar 2. Pola Difraktogram Hidroksiapatit Kombinasi Alkali Hidrotermal dengan Dekomposisi Termal

Data difraktogram yang dihasilkan menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu yang digunakan untuk pemanasan semakin tajam pula puncak-puncak difraksi yang terbentuk sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ooi *et al* (2007), dimana kenaikan suhu mengakibatkan kenaikan intensitas puncak dan berkurangnya lebar puncak yang menunjukkan semakin tinggi kristalinitas dari hidroksiapatit yang dihasilkan. Kalsinasi hidroksiapatit pada rentang suhu 750-1100°C memiliki kristalinitas yang serupa, walaupun kenaikan suhu menaikkan intensitas puncak dan menurunkan lebar puncak difraksi (Koutsopoulos, 2002). Adanya kalsinasi pada proses ekstraksi mengakibatkan adanya karbon dioksida dari

karbonat dalam hidroksiapatit dari tulang sapi yang terbebas sehingga hidroksiapatit yang dihasilkan menjadi lebih murni. Kalsinasi juga menyebabkan adanya penyusutan serta pemadatan sampel yang diakibatkan adanya perubahan komposisi unsur pengisi (zat organik) pada saat proses pemanasan yang menghasilkan tajamnya puncak difraksi (Venkateswarlu *et al.*, 2010).

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Metode kombinasi alkali hidrotermal dengan dekomposisi termal yang digunakan untuk mengekstraksi hidroksiapatit menghasilkan hidroksiapatit yang baik dan sesuai dengan standar hidroksiapatit yang ditunjukkan oleh persentase *yield* hidroksiapatit rata-rata yang dihasilkan adalah 68,82% dan karakterisasi kebasaaan permukaan terendah dimiliki sampel TB₄ dan kebasaaan permukaan tertinggi dimiliki sampel TB₁. FTIR menghasilkan gugus fungsi yang sesuai dengan molekul hidroksiapatit. Luas permukaan terendah dimiliki oleh sampel TB₄ dan tertinggi dimiliki oleh sampel TB₁. Kelimpahan atom Ca/P rata-rata yang diperoleh adalah 1,6838. Karakterisasi dengan XRD menghasilkan semakin tinggi suhu yang digunakan untuk pemanasan semakin sempit pula puncak-puncak difraksi yang terbentuk.

Saran

Mengingat pentingnya karakteristik porositas spesifik pada material padatan, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengukuran luas permukaan dan porositas hidroksiapatit menggunakan metode BET gasorpsi N₂.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada Ida Ayu Gede Widihati, Putu Suarya dan Ni Komang Ariati. Penulis juga menyampaikan ucapan terima kasih kepada tim Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Laboratorium Bersama FMIPA Universitas Udayana dan Laboratorium Kimia

FMIPA Universitas Gadjah Mada yang telah memberikan bantuan dan dukungan fasilitas hingga penelitian ini selesai.

DAFTAR PUSTAKA

- Barakat, N.A.M., Khil, M.S., Omran, A.M., Sheikhh, F.A., and Kim, H.Y., 2009, Extraction of Pure Natural Hydroxyapatite from the Bovine Bones Bio Waste by Three Different Methods, *Journal of Material Processing Technology*, 209 : 3408-3415
- Guo, G., Sun, Y., Wang, Z., and Guo, H., 2005, Preparation of Hydroxyapatite Nanoparticles by Reserve Microemulsion, *Journal of Ceramic, Int.*, 31 : 869-872
- Han, Y., Li, S., Wang, X., Jia, L., and He, J., 2007, Preparation of Hydroxyapatite Rod-Like Crystals by Protein Precursor Method. *Journal of Mater. Res. Bull.* 42 : 1169-1177
- Jarudilokkul, S., Tanthapanichakoon, W., and Boonamnuayvittaya, V., 2007, Synthesis of Hydroxyapatite Nanoparticles Using An Emulsion Liquid Membrane System, *Journal of Colloids Surf*, A296 : 149-153
- JCPDSCard File No. 9-432 (Hydroxyapatite), 1996, *Joint Committee on Powder Diffractions Standarts*. Swathmore, PA.
- Kasem, M.A., Gonzalez, J.J., Russo, R.E., and Harith, M.A., 2013, LIBS Analysis of Artificial Calcified Tissues Matrices. *Science Journal*. 108 : 53-58
- Koutsopoulos, S., 2002, Synthesis and Characterization Of Hydroxyapatite Crystals; A Review Study On Analytical Methods. *J. Biomed. Mater, Res*, 62 (4) : 600-612
- Kumar, P., Jasra, R.V., and Bhat, T.S.G., 1995, Evolution of Porosity and Surface Acidity in Montmorillonit Clay on Acid Activation, *J. Ind. Eng. Chem. Res.*, 34 (4) : 298-307
- Kusrini, E. and Sontang, M., 2012, Characterization of X-Ray Diffraction and Electron Spin Resonance: Effects of Sintering Time and Temperature on Bovine Hydroxyapatite. *Journal of Rad. Physical and Chem*, 81 : 118-125

- Laghzizil, A., El Herch, N., Bouhaouss, A., Lorente, G., and Macquete, J., 2001, Comparison of Electrical Properties between Fluoroapatite and Hydroxyapatite Materials, *Journal of Solid State Chemistry*, 156 : 57-60
- Liu, J., Li, K., Wang, H., Zhu, M. and Yan, H., 2004, Rapid Formation of Hydroxyapatite Nanostructures by Microwave Irradiation, *Journal of Chem. Phys. Lett.*, 396 : 429-432
- Lowell, S. and Shields, J.E., 1984, *Powder Surface Area and Porosity*, *Powder Technology Series*, 2nd, Chapman and Hall, New York.
- Ooi, C.Y., Hamdi, M. and Ramesh, S. 2007, Properties Of Hydroxyapatite Produced By Annealing Of Bovine Bone. *Ceramics International*. 33 : 1171-1177
- Pang, Y.X. and Bao, X., 2003, Influence of temperature, ripening time and calcination on the morphology and crystallinity of hydroxyapatite nanoparticle. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23 : 1697-1704
- Parhia, P., Ramanan, A., and Ray, A.R., 2004, A Convenient Route for the Synthesis of Hydroxyapatite Through A Novel Microwave-Mediated Metathesis Reaction, *Mater. Lett.*, 58 : 3610-3612
- Samuel, L., Turek, M.D., Lippincott, J.B., 1985, *Orthopaedics : Principles and Applications*, 2nd ed, Pitman Medical Publishing Co. Ltd., London 113, 136
- Sarig, S. and Kahana, F., 2002, Rapid Formation of Nanocrystalline Apatite, *Journal of Crystal. Growth* 37 : 55-59
- Shaltout, Abdallah A., Allam, Moussa A., Moharrama, and Mohamed, A., 2011, FTIR Spectroscopic, Thermal and XRD Characterization of Hydroxyapatite from New Natural Sources, *Journal of Spectrochimica Acta*, 83 : 57-58
- Shih, W.J., Chen, Y.F., Wang, M.C. and Hon, M.H., 2004, Crystal Growth and Morphology of the Nano-Sized Hydroxyapatite Powders Synthesized from $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and CaCO_3 by Hydrolysis Method. *Journal of Crystal. Growth* 270 : 21-218
- Sobczak, A., Kowalski, Z. and Wzorek, Z., 2009, Preparation of Hydroxyapatite from Animal Bones, *Acta of Bioengineering and Biomechanics*, 11 : 4
- Venkateswarlu, K., Chandra Bose, A. and Rameshbabu, N., 2010. X-ray peak broadening studies of nanocrystalline hydroxyapatite by Williamson-Hall analysis. *Physica B*, 405 (20) : 4256-4261
- Wahl D. A. and Czernuszka J T., 2006, Collagen-hydroxyapatite composites for hard tissue repair. *Journal of European Cells and Materials*, 11 : 43-56
- Xu, J.L., Khor, K.A., Dong, Z.L., Gu, Y.W., Kumar, R., and Cheang, P., 2004, Preparation and Characterization of Nano-sized Hydroxyapatite Powders Produced in A Radio Frequency (rf) Thermal Plasma, *Mater. Sci. Eng. A* 374 : 101-108