

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG SAPI (*Bos taurus*) MENGGUNAKAN TEKNIK KALSINASI

### SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYAPATITE FROM COW BONES (*Bos Taurus*) USING CALCINATION TECHNIQUES

Fifi Afifah dan Sari Edi Cahyaningrum\*

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
State University of Surabaya

Jl. Ketintang, Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

\* Corresponding author, email: saricahyaningrum@unesa.ac.id

**Abstrak.** Tulang sapi memiliki kandungan hidroksiapatit cukup tinggi, sehingga berpotensi sebagai prekursor material dalam sintesis hidroksiapatit. Tulang sapi memiliki komposisi anorganik yang terdiri dari 93% hidroksiapatit dan 7%  $\beta$ -TCP. Hidroksiapatit merupakan biomaterial dengan struktur heksagonal yang dapat dimanfaatkan sebagai implan tulang. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil karakterisasi secara kimia (gugus fungisional dan fasa) maupun fisika (kristalinitas) sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi. Tulang sapi dipreparasi dengan cara direbus, dicuci dengan aquades, lalu direndam dengan larutan  $H_2O_2$  selama 5 jam sehingga dihasilkan tulang sapi bebas lemak berwarna putih. Hidroksiapatit diperoleh dari hasil kalsinasi tulang sapi menggunakan furnace dengan suhu  $900^{\circ}C$  selama 6 jam. Kalsinasi dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan hidroksiapatit dari tulang sapi dan untuk menghilangkan senyawa organik yang tidak dibutuhkan dalam tulang manusia. Rendemen yang dihasilkan pada proses kalsinasi sebesar 83,41%. Hidroksiapatit yang dihasilkan dikarakterisasi kimia dengan instrumen FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi  $OH^-$ ,  $PO_4^{3-}$ , dan  $CO_3^{2-}$ , dimana gugus-gugus tersebut merupakan ciri yang dimiliki oleh hidroksiapatit. Pada instrumen XRD menunjukkan adanya fasa hidroksiapatit dan fasa apatit karbonat. Fasa apatit karbonat tersebut tidak membahayakan tulang manusia disebabkan tulang manusia juga terdiri atas komposisi anorganik karbonat. Hidroksiapatit dikarakterisasi fisika menunjukkan derajat kristalinitas sebesar 95%. Hidroksiapatit memiliki kristalinitas yang tinggi karena memiliki struktur yang rapat dan pori yang kecil.

**Kata kunci :** Tulang sapi, hidroksiapatit, kalsinasi

**Abstract.** Cow bone has a high hydroxyapatite composition, so it can be determined as a preliminary material in the synthesis of hydroxyapatite. Cow bone has an inorganic composition consisting of 93% hydroxyapatite and 7% ( $\beta$ -TCP). Hydroxyapatite is a biomaterial with a hexagonal structure that can be utilized as a bone implant. This research aims to study the results of chemical characterization (functional groups and phases) and physics (crystallinity) of hydroxyapatite synthesis from cow bones. Cow bones are prepared by boiling, replaced with distilled water, then soaked with a solution of  $H_2O_2$  for 5 hours so that the resulting cow bone is free of white fat. Hydroxyapatite is obtained from the calcination of cow bones using a furnace at  $900^{\circ}C$  for 6 hours. Calcination is done to get hydroxyapatite from cow bones and to eliminate organic compositions that are not needed in human bones. The yield produced in the calcination process is 83.41%. Hydroxyapatite produced was chemically characterized by FT-IR instruments showing the presence of  $OH^-$ ,  $PO_4^{3-}$ , and  $CO_3^{2-}$  functional groups, whereas these groups were by the characteristics provided by hydroxyapatite. On the XRD instruments shows the presence of the hydroxyapatite phase and the apatite carbonate phase. This carbonate apatite phase does not contain human bones because human bones also consist of an inorganic carbonate composition. Hydroxyapatite characterized by physics shows a degree of crystallinity of 95%.

**Key words:** Cow bone, hydroxyapatite, calcination

## PENDAHULUAN

Tulang adalah komponen utama pembentuk kerangka tubuh manusia. Tulang merupakan bagian tubuh yang penting pada manusia dalam menjalankan aktivitasnya. Pada aktivitasnya, tulang dapat mengalami kerusakan (fraktur) atau kelainan yang disebabkan penyakit atau kecelakaan. Kerusakan pada tulang dapat menimbulkan kecacatan struktur yang mengakibatkan gangguan fungsi tubuh, sehingga membutuhkan restorasi untuk mengembalikan rangka tubuh agar dapat berfungsi dengan normal. Suatu alternatif sebagai bentuk penanganan kerusakan dan kelainan pada tulang yaitu menggunakan teknologi implantasi tulang. Pemasangan implan tulang berfungsi mempertahankan keadaan tulang pada letak yang benar secara anatomi hingga proses terbentuknya tulang baru terjadi. Salah satu material yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan implantasi tulang yaitu biomaterial.

Biomaterial adalah material sintesis yang dapat dimanfaatkan untuk implan tulang dan memiliki kemampuan berinteraksi dengan sistem biologis pada jaringan tubuh [1]. Secara umum, biomaterial umumnya digunakan sebagai implan, jaringan, dan transplantasi organ serta dalam sistem pengiriman obat [2]. Biomaterial bertindak untuk memulihkan, memperbaiki, atau mengganti jaringan yang rusak dengan mengintegrasikan bagian yang bermasalah dari tubuh [3]. Biomaterial harus bersifat dapat menyesuaikan dengan tubuh manusia (*biocompatible*), menyatu dengan tulang manusia (*bioactive*), menyediakan pertumbuhan bagi sel osteoblast (*osteoconductive*), osteoinduksi, dan tidak menimbulkan pembengkakan [4]. Biomaterial yang dapat dimanfaatkan dan dikembangkan adalah biokeramik berjenis hidroksipapatit.

Hidroksipapatit merupakan material biokeramik yang termasuk dalam komponen penyusun jaringan keras organisme hidup yaitu tulang dan gigi [5]. Hidroksipapatit memiliki struktur kristal yang serupa dengan tulang, memiliki sifat bioaktif, biokompatibel, dan bioresorbabel sehingga dapat dimanfaatkan sebagai implan tulang [6]. Karakteristik bioaktif menunjukkan bahwa adanya hidroksipapatit yang berikatan dengan jaringan tulang dapat memberikan respon biologis spesifik [7]. Karakteristik biokompatibel menunjukkan bahwa hidroksipapatit memiliki kemampuan untuk

menyesuaikan diri dengan tubuh sehingga tidak terjadi penolakan dalam tubuh [8]. Karakteristik bioresorbabel menunjukkan bahwa permukaan hidroksipapatit yang memiliki pori-pori dapat ditumbuhinya sel-sel tulang. Hidroksipapatit merupakan senyawa kalsium fosfat yang memiliki rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  dengan struktur heksagonal. Jumlah mol Ca/P agar material hidroksipapatit terbentuk adalah 1,67. Hidroksipapatit termasuk dalam anggota senyawa kalsium fosfat yang potensial dalam rekayasa jaringan. Hidroksipapatit merupakan senyawa kalsium fosfat yang paling stabil. Senyawa kalsium fosfat berbentuk kristal dan terdapat dalam 4 fase, yakni dikalsium fosfat ( $\text{CaHPO}_4$ ), oktakalsium fosfat ( $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), trikalsium fosfat ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ), dan hidroksipapatit  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  [9].

Pada aplikasi medis, hidroksipapatit secara luas digunakan dalam mencangkok tulang, memperbaiki tulang dan penggantian tulang. Selain itu, hidroksipapatit berguna untuk mempercepat pertumbuhan tulang baru. Hidroksipapatit juga langsung terikat ke jaringan tulang secara kimia melalui pembentukan lapisan apatit dan secara biologis melalui interaksi antarmuka. Terdapat beberapa parameter yang harus diperhatikan pada sintesis hidroksipapatit diantaranya pH, waktu pengadukan, dan suhu serta waktu *sintering* [10]. Produk hidroksipapatit termasuk mineral apatit yang saat ini sedang banyak dikembangkan, tetapi masih berjumlah sedikit. Dengan tingginya kebutuhan akan biomaterial ini, oleh karena itu dibutuhkan perkembangan riset mengenai sintesis hidroksipapatit.

Sintesis hidroksipapatit dapat dilakukan dengan memanfaatkan sumber kalsium alami [7]. Sumber kalsium alami yang dapat digunakan sintesis hidroksipapatit diantaranya batu kapur [11], cangkang kepiting [12], dan tulang sapi. Pada penelitian ini, hidroksipapatit disintesis dari tulang sapi.

Tulang sapi memiliki komposisi yang hampir sama dengan tulang manusia disebabkan setiap tulang mamalia memiliki komposisi mineral, organik, dan air yang sama [13]. Tulang sapi dapat dimanfaatkan sebagai sumber hidroksipapatit serta kolagen untuk dijadikan implan pada tulang manusia. Kandungan hidroksipapatit dan kolagen pada tulang sapi hampir mencakup jumlah komposisi anorganik dan organik pada tulang tersebut [14]. Pada

komposisi anorganik tulang sapi terdiri atas 93% hidroksiapatit dan 7%  $\beta$ -trikalsium fosfat [15]. Selama ini, tulang sapi hanya dimanfaatkan sebagai bahan kerajinan dan tepung tulang. Pemanfaatan tulang sapi sebagai prekursor material diharapkan mampu meningkatkan fungsi dan nilai ekonomis dari tulang sapi. Hasil analisis pendahuluan menggunakan instrument FT-IR untuk tulang sapi yang dihasilkan dari kalsinasi terdapat gugus fungsi  $-\text{OH}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , dan  $\text{CO}_3^{2-}$ . Hal ini dapat disimpulkan bahwa tulang sapi hasil kalsinasi merupakan hidroksiapatit. Oleh sebab itu, pada penelitian ini digunakan tulang sapi sebagai sumber hidroksiapatit.

Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai metode diantaranya metode sol gel, pengendapan basah, dan kalsinasi [8]. Pada sintesis hidroksiapatit tulang sapi menggunakan metode kalsinasi. Metode kalsinasi yang digunakan dapat menghilangkan senyawa organik dan air dalam tulang sapi sehingga dihasilkan hidroksiapatit dan juga dapat meningkatkan rendemen hidroksiapatit yang dihasilkan. Kelebihan menggunakan metode kalsinasi adalah komponen organik dalam tulang dapat terurai secara termal dan setiap tanda genom penyakit dapat dihilangkan sehingga memberikan faktor keamanan biologis yang tinggi. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi, hasil FT-IR dan XRD mengungkapkan bahwa suhu kalsinasi yang dilakukan pada tulang sapi tidak membawa transformasi fase sekunder kecuali kehadiran hidroksiapatit [16]. Penelitian lain menyebutkan bahwa dengan suhu kalsinasi yang tinggi, dapat menghasilkan hidroksiapatit yang lebih murni dan meningkatkan derajat kristalinitas [17]. Tulang sapi dikalsinasi pada suhu 900°C, hal tersebut disebabkan suhu tersebut merupakan suhu optimum dalam sintesis hidroksiapatit tulang sapi [18]. Kekurangan menggunakan metode kalsinasi adalah harus dilakukan pada suhu yang tepat. Senyawa organik akan rusak pada saat pemanasan diatas 100° C. Pada saat suhu 900° C, fasa yang dihasilkan berupa kalsium karbonat tipe A (AKA). Jika kalsinasi dilakukan pada suhu di bawah 900° C maka fasa yang dihasilkan lebih banyak berupa TCP, sedangkan pada suhu di atas 900° C tulang sapi akan lebih banyak yang terbakar dan menjadi berwarna kehitaman. Kalsinasi tulang sapi dilakukan dengan tujuan untuk mengeliminasi komponen organik. Tulang sapi sebelum dilakukan kalsinasi berwarna

kuning dan setelah dilakukan kalsinasi berwarna putih. Sebelum kalsinasi, terdapat gugus N-H pada  $2913 \text{ cm}^{-1}$  dan amida pada  $1251 \text{ cm}^{-1}$ , sehingga semakin bertambahnya suhu maka perubahan warna dapat terjadi karena adanya penguraian zat organik [15]. Penelitian sebelumnya, hidroksiapatit disintesis dari cangkang kepiting dengan metode pengendapan basah menghasilkan fasa utama yakni hidroksiapatit dengan besarnya kristalinitas 83,98% [12]. Oleh sebab itu pada penelitian ini, hidroksiapatit disintesis dari tulang sapi dengan metode kalsinasi lalu dikarakterisasi menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa dan derajat kristalinitas dan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) untuk mengetahui gugus fungsional.

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Beberapa bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah tulang sapi,  $\text{H}_2\text{O}_2$  10% (Merck), aquademin, dan KBr (Merck).

### Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah kaca arloji, pisau, mortar alu, stopwatch, *furnace* Thermo Scientific, desikator, neraca analitik OHAUS Pioneer™, kompor, ayakan 100 mesh, spatula, dan gelas kimia. Instrumen yang digunakan yaitu *Fourier Transform Infra Red Spectrophotometer* (FT-IR) Shimadzu 8021 dan *X-Ray Diffraction* (XRD) Shimadzu XRD 6000.

### Prosedur Penelitian

#### Preparasi Tulang Sapi

Tulang sapi dipotong kecil-kecil dan dicuci dengan aquades, lalu direbus selama 6 jam untuk menghilangkan lemak yang masih menempel. Tulang sapi tersebut dicuci kembali dengan aquades lalu direndam dengan larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  selama 5 jam. Kemudian tulang sapi dibilas dengan aquademin dan dijemur di bawah sinar matahari serta dikeringkan. Tulang sapi yang sudah kering ditimbang massanya terlebih dahulu sebelum dilakukan proses kalsinasi [19].

#### Sintesis Hidroksiapatit

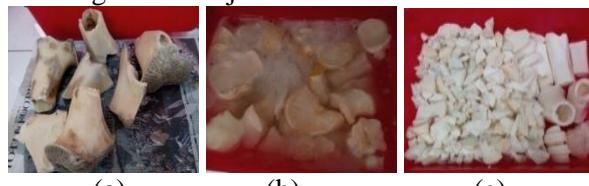
Tulang sapi bebas lemak ditimbang massanya terlebih dahulu sebanyak 8,0005 gram dan dilakukan proses kalsinasi dengan *furnace* pada suhu sebesar 900° C dengan lama waktu 6

jam. Tulang sapi yang telah dikalsinasi menghasilkan hidroksiapatit, yang kemudian dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang massanya hingga konstan dengan tujuan untuk mendapatkan hasil rendemen. Setelah itu, hidroksiapatit dari tulang sapi ditumbuk dan dihaluskan menggunakan mortar alu, lalu diayak menggunakan ayakan 100 mesh dan disimpan dalam wadah tertutup [19], kemudian hidroksiapatit yang telah disintesis dikarakterisasi menggunakan instrument FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi dan XRD untuk mengetahui fasa dan derajat kristalinitas.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Preparasi Tulang Sapi

Tulang sapi dicuci dengan aquades untuk membersihkan daging yang terdapat pada tulang sapi. Tujuan tulang sapi direbus selama 6 jam yakni untuk mengangkat daging ataupun lemak yang masih tertinggal. Untuk memastikan bahwa sisa daging yang masih menempel sudah hilang maka tulang sapi tersebut dicuci dengan aquademin. Setelah itu, dilakukan perendaman dengan larutan  $H_2O_2$  selama 5 jam. Tujuan dilakukan perendaman ini yakni untuk mengubah warna tulang sapi yang semula alami putih kekuningan menjadi putih. Jika perendaman terlalu lama seperti 24 jam maka warna akan sangat putih namun terjadi efek samping pada tulang yaitu hilangnya kekuatan tulang tersebut dan menjadikannya rontok menjadi butiran pasir seperti kapur barus [20]. Larutan  $H_2O_2$  juga berperan sebagai oksidator untuk mengoksidasi pengotor-pengotor pada lapisan permukaan tulang sekaligus membunuh bakteri-bakteri yang melekat pada tulang [21]. Kemudian tulang dibilas dengan aquademin untuk membersihkan sisa larutan  $H_2O_2$ . Setelah itu, tulang sapi dikeringkan dan dijemur di bawah sinar matahari.



Gambar 1. (a) Tulang sapi yang masih terdapat daging atau lemaknya, (b) Tulang sapi direndam dengan larutan  $H_2O_2$ , (c) Tulang sapi bebas lemak.

Tulang sapi yang sudah kering, ditimbang massanya terlebih dahulu sebelum dilakukan proses kalsinasi dan didapatkan massa

tulang sapi sebelum kalsinasi sebesar 8,0005 gram.

### Sintesis Hidroksiapatit

Tulang sapi yang sudah ditimbang massanya, dikalsinasi menggunakan *furnace* dengan suhu  $900^{\circ}C$  selama 6 jam. Pada suhu  $100^{\circ}C$  air yang masih terkandung dalam tulang mulai menguap lalu komponen-komponen organik mulai teroksidasi di bawah suhu  $450^{\circ}C$ . Mineral-mineral yang masih tersisa dalam tulang sapi terjadi pada saat suhu mulai mencapai  $900^{\circ}C$  [22]. Tulang sapi pada saat sebelum dikalsinasi berwarna putih tulang, sedangkan setelah dikalsinasi berwarna putih. Selain mengalami perubahan warna, tulang sapi juga mengalami perubahan massa. Setelah dilakukan kalsinasi, massa tulang sapi sebesar 6,6732 gram. Berikut perbedaan tulang sapi sebelum dan setelah sintesis pada gambar 2.

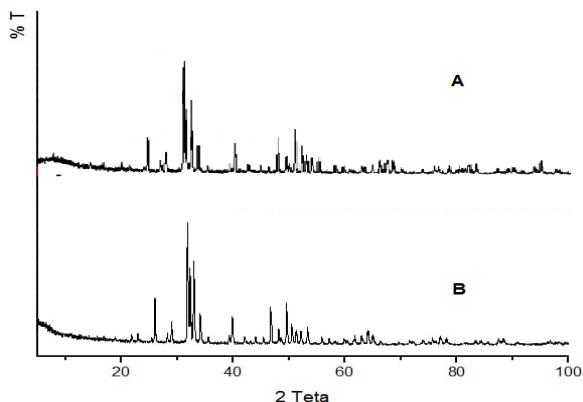


Gambar 2. (a) Tulang sapi sebelum sintesis  
(b) Tulang sapi setelah sintesis (hidroksiapatit).

Rendemen yang dihasilkan pada proses kalsinasi sebesar 83,41%.

Hidroksiapatit yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi kimia diantaranya analisis gugus fungsional menggunakan FT-IR dan analisis fasa menggunakan XRD; dan karakterisasi fisika yaitu derajat kristalinitas menggunakan XRD.

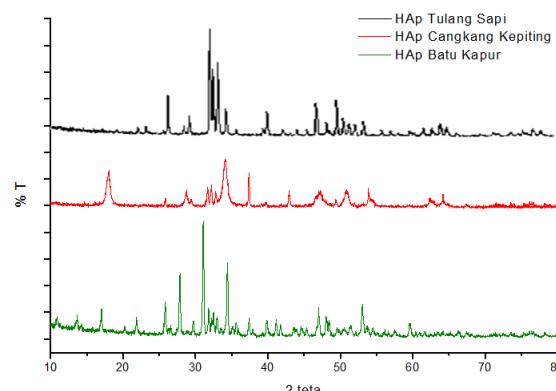
Karakterisasi kimia diantaranya adalah analisis fasa pada hidroksiapatit yang telah disintesis. Analisis fasa bertujuan untuk mengetahui fasa dalam hidroksiapatit tulang sapi. Pada analisis ini akan dibandingkan fasa yang terbentuk antara hidroksiapatit tulang sapi dengan hidroksiapatit bank jaringan dan hidroksiapatit cangkang kepiting serta batu kapur. Berikut hasil analisis XRD hidroksiapatit pada gambar 3.



Gambar 3. Hasil analisis XRD (a) hidroksiapatit bank jaringan, (b) hidroksiapatit tulang sapi.

Gambar 3 menunjukkan hasil XRD dari hidroksiapatit bank jaringan dan hidroksiapatit tulang sapi. Pada hidroksiapatit bank jaringan (Gambar 3 a) didominasi oleh fasa hidroksiapatit yang memiliki puncak tertinggi pada sudut  $31,8^{\circ}$  sesuai dengan JCPDS no 09-0432. Hidroksiapatit tulang sapi (Gambar 3 b) didominasi dengan fasa hidroksiapatit yang memiliki puncak tertinggi pada sudut  $31,8^{\circ}$  dan adanya gugus karbonat pada sudut  $32,27^{\circ}$  sesuai dengan JCPDS no 35-0180. Gugus karbonat dapat berasal dari fasa karbonat hidroksiapatit tulang sapi dan  $\text{CO}_2$  di udara. Adanya fasa karbonat tidak membahayakan bagi tubuh manusia dikarenakan

komposisi anorganik dari tulang manusia terdiri dari gugus karbonat juga [14].



Gambar 4. Hasil analisis XRD (a) hidroksiapatit tulang sapi, (b) hidroksiapatit cangkang kepiting, (c) hidroksiapatit batu kapur.

Gambar 4 menunjukkan bahwa pada hidroksiapatit berbahan dasar cangkang kepiting dengan metode pengendapan basah diketahui muncul fasa hidroksiapatit pada sudut  $2\theta$ , yakni  $31,73^{\circ}$ ;  $32,14^{\circ}$ ;  $32,84^{\circ}$ ; dan  $34,02^{\circ}$  [12], sedangkan hidroksiapatit dari batu kapur menggunakan metode sol gel diketahui muncul fasa hidroksiapatit pada sudut  $2\theta$ , yakni  $31,79^{\circ}$ ;  $32,93^{\circ}$ ;  $35,66^{\circ}$ , dan  $39,86^{\circ}$  sesuai dengan JCPDS no. 09-0169 [11].

Tabel 1. Perbandingan Fasa Hidroksiapatit Bank Jaringan dengan Hidroksiapatit Tulang Sapi, Cangkang Kepiting, dan Batu Kapur.

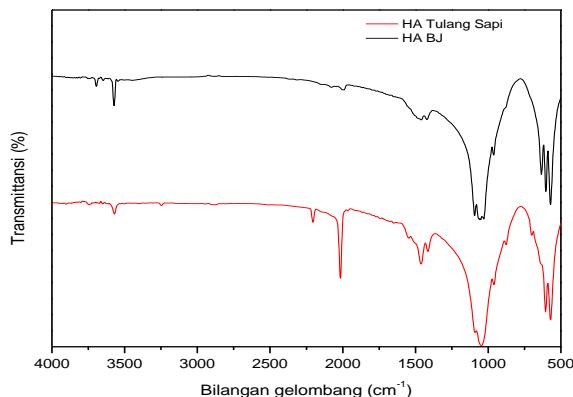
Fasa	Puncak Difraksi $2\theta$ ( $^{\circ}$ )			
	Hidroksiapatit Bank Jaringan	Hidroksiapatit Tulang Sapi	Hidroksiapatit Cangkang Kepiting	Hidroksiapatit Batu Kapur
Hidroksiapatit	31,8	31,8	31,73	31,79
Apatit karbonat	-	32,89	25,87 28,08	-
$\beta$ -TCP	-	-	17,13 29,91 43,83	27,88 34,40

Berdasarkan hasil perbandingan hidroksiapatit dengan beberapa bahan dasar sintesis dapat diketahui bahwa hidroksiapatit yang dihasilkan memiliki fasa hidroksiapatit dan fasa AKA yang terbentuk. Adanya fasa AKA dalam komposit dapat disebabkan gas  $\text{CO}_2$  yang terdapat dalam udara bebas sulit untuk dihindari selama proses sintesis hidroksiapatit, sehingga fasa tersebut terdapat dalam hidroksiapatit. Namun, fasa AKA tersebut tidak membahayakan bagi tulang manusia. Apatit juga terkandung

dalam tulang manusia dan dapat meningkatkan pertumbuhan sel *osteoblast* dalam uji *in vitro* [23].

Adanya perbedaan fasa antara hidroksiapatit hasil sintesis dengan hidroksiapatit bank jaringan, hidroksiapatit cangkang kepiting dan batu kapur dikarenakan adanya perbedaan prekursor dan metode yang digunakan dalam proses sintesis. Berdasarkan ISO-13779:2008 material yang digunakan sebagai implan tulang mengandung fasa hidroksiapatit minimal 50% b/b.

Karakterisasi kimia diantaranya adalah analisis gugus fungsi pada hidroksiapatit yang telah disintesis. Analisis gugus fungsional menggunakan instrumen FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi dari hidroksiapatit secara kualitatif berdasarkan absorbansinya terhadap sinar inframerah. Analisis ditandai dengan adanya pergeseran panjang gelombang pada area bilangan gelombang 4000-400 cm<sup>-1</sup>, terjadinya kenaikan maupun penurunan intensitas, dan hilang serta munculnya spektra baru [24]. Berikut hasil analisis FTIR hidroksiapatit pada gambar 5.



Gambar 5. Hasil analisis FTIR (a) hidroksiapatit bank jaringan, (b) hidroksiapatit tulang sapi.

Gambar 5 menunjukkan hasil FTIR dari hidroksiapatit bank jaringan dan hidroksiapatit tulang sapi. Gugus khas hidroksiapatit yakni –OH, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, dan CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Pada hidroksiapatit bank jaringan (Gambar 5 a) gugus OH ditunjukkan pada bilangan gelombang 3572,68 cm<sup>-1</sup> dan 1993,09 cm<sup>-1</sup>, sedangkan gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> muncul pada bilangan gelombang 961,25 cm<sup>-1</sup>; 473, 29 cm<sup>-1</sup>; 1049,97 cm<sup>-1</sup>; dan 571,65 cm<sup>-1</sup>. Gugus fosfat terdiri dari gugus fosfat *bending* dan *stretching*, dimana gugus fosfat *bending* berada pada bilangan gelombang 560-610 cm<sup>-1</sup>, sedangkan untuk gugus fosfat *stretching* dapat

teramat pada bilangan gelombang 1000-1050 cm<sup>-1</sup>. Gugus CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> ditunjukkan pada bilangan gelombang 1420,27 cm<sup>-1</sup> dan 1460,78 cm<sup>-1</sup>. Hidroksiapatit tulang sapi (Gambar 5 b) terdapat gugus OH yang muncul pada bilangan gelombang 3570,76 cm<sup>-1</sup> dan 2016,24 cm<sup>-1</sup>, sedangkan gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> nampak pada bilangan gelombang 961,25 cm<sup>-1</sup>; 471,36 cm<sup>-1</sup>; 1048,04 cm<sup>-1</sup> dan 571,65 cm<sup>-1</sup>. Gugus CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> ditunjukkan pada bilangan gelombang 1414,49 cm<sup>-1</sup>. Gugus karbonat yang dihasilkan berasal dari CO<sub>2</sub> ketika proses kalsinasi dilakukan yang kemudian berikatan dengan kalsium pada tulang sapi sehingga terbentuk fasa kalsium karbonat [23]. Keduanya memiliki kemiripan yakni tidak adanya gugus organik yang ditandai dengan gugus C-H pada bilangan gelombang 1500-1600 cm<sup>-1</sup>. Hal ini dikarenakan gugus organik akan rusak pada saat proses kalsinasi dengan suhu tinggi, dimana pada penelitian ini dilakukan kalsinasi dengan suhu 900<sup>0</sup> C.

Pada hidroksiapatit cangkang keping dengan metode pengendapan basah diketahui gugus fungsi yang muncul diantaranya gugus OH pada bilangan gelombang 3572,68 cm<sup>-1</sup>, gugus CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> pada bilangan gelombang 1422,20 cm<sup>-1</sup> dan 1458,85 cm<sup>-1</sup>, dan gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> pada bilangan gelombang 974,75 cm<sup>-1</sup>; 496,43 cm<sup>-1</sup>; 1042,25 cm<sup>-1</sup> dan 565,80 cm<sup>-1</sup>[12]. Hidroksiapatit yang disintesis dari batu kapur menggunakan metode sol gel menghasilkan gugus fungsi yang muncul diantaranya gugus OH pada bilangan gelombang 3451,18 cm<sup>-1</sup> dan 3644,05 cm<sup>-1</sup>, gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> pada bilangan gelombang 963,18 cm<sup>-1</sup>; 469,43 cm<sup>-1</sup>; 1036,47 cm<sup>-1</sup> dan 569,72 cm<sup>-1</sup>, gugus CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> pada bilangan gelombang 1441,49 cm<sup>-1</sup> dan 1456,92 cm<sup>-1</sup> [11].

Tabel 2. Perbandingan Bilangan Gelombang Hidroksiapatit Bank Jaringan dengan Hidroksiapatit Tulang Sapi, Cangkang Kepiting, dan Batu Kapur.

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
	Hidroksiapatit Bank Jaringan	Hidroksiapatit Tulang Sapi	Hidroksiapatit Cangkang Kepiting	Hidroksiapatit Batu Kapur
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	v <sub>1</sub>	961,25	961,25	974,75
	v <sub>2</sub>	473,29	471,36	496,43
	v <sub>3</sub>	1030,68 1049,97 1092,40	1048,04	1042,25
	v <sub>4</sub>	571,65 602,51	571,65 604,44	565,80 604,44

$\text{CO}_3^{2-}$	1420,27 1460,78	1414,49	1422,20 1458,85	1441,49 1456,92
$\text{OH}^-$	1993,09 3572,68	2016,24 3570,76	3572,68	3451,18 3644,05

Berdasarkan hasil perbandingan karakterisasi gugus fungsi tulang sapi menunjukkan bahwa tulang sapi telah terbentuk gugus fungsi  $\text{OH}^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , dan  $\text{CO}_3^{2-}$ , dimana gugus-gugus tersebut merupakan ciri yang dimiliki oleh hidroksiapatit. Bahan dasar sintesis tidak mempengaruhi secara signifikan terhadap gugus fungsi yang dihasilkan.

Karakterisasi fisika pada hidroksiapatit adalah analisis derajat kristalinitas. Analisis derajat kristalinitas pada hidroksiapatit memiliki tujuan untuk mengetahui pengaruh bahan dasar terhadap kristalinitas hidroksiapatit. Derajat kristalinitas merupakan besaran yang menyakatkan nilai kristal yang terkandung dalam material.

Berdasarkan perhitungan derajat kristalinitas diketahui bahwa derajat kristalinitas dari hidroksiapatit tulang sapi sebesar 95%. Hidroksiapatit memiliki kristalinitas yang tinggi karena memiliki struktur rapat dengan pori yang kecil. Pada derajat kristalinitas yang dihasilkan kemudian dibandingkan dengan hidroksiapatit bank jaringan sebesar 97%. Berdasarkan penelitian sebelumnya yang mensintesis hidroksiapatit dari batu kapur menghasilkan kristalinitas sebesar 91,27% [11], sedangkan penelitian yang mensintesis hidroksiapatit dari cangkang kepiting menghasilkan kristalinitas sebesar 83,98% [12].

Berdasarkan hasil perbandingan dapat diketahui bahwa sintesis hidroksiapatit berbahan dasar tulang sapi memiliki kristalinitas yang cukup tinggi. Bahan dasar mempengaruhi tinggi rendahnya nilai kristalinitas, dimana semakin besar kandungan kalsium yang ada pada suatu bahan maka nilai kristalinitas semakin tinggi. Semakin tinggi kristalinitas maka akan semakin stabil hidroksiapatit yang akan diaplikasikan dalam tubuh dan juga menghasilkan kekuatan mekanik yang semakin meningkat.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dari penelitian disimpulkan bahwa tulang sapi memiliki potensi yang cukup tinggi sebagai prekursor material dalam pembuatan hidroksiapatit. Hasil karakterisasi fisika menunjukkan bahwa sintesis

hidroksiapatit berbahan dasar tulang sapi diperoleh kristalinitas sebesar 95% dan hasil karakterisasi kimia menunjukkan bahwa adanya gugus  $\text{OH}^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , dan  $\text{CO}_3^{2-}$  dimana gugus-gugus tersebut merupakan ciri yang dimiliki oleh hidroksiapatit.

## DAFTAR PUSTAKA

- Prabaningtyas, R. AJ. M.S., Ardhiyanto, H.B., dan Fatimatuzzahro, N. 2015. *Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintetis Menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR)*. Skripsi. Jember: Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.
- Mohd Pu'ad, N.A.S., Koshy, P., Abdullah, H.Z., Idris, M.I., Lee, T.C. 2019. Syntheses of Hydroxyapatite from Natural Sources. *Heliyon* 5 e01588.
- Szczes, A., Chibowski, E., and Holysz, L. 2017. Synthesis of Hydroxyapatite for Biomedical Applications, *Adv. Colloid Interface Sci.* 1-10.
- Warastuti, Y., Budianto, E., Darmawan, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Kitosan-Poli(vinil alkohol) untuk Aplikasi Biomaterial. Depok: Universitas Indonesia.
- Jayaswal, G.P., Dange, S.P., ang Khalikar, A.N. 2010. Bioceramic in Dental Implants: A Review. *Journal of Indian Prosthodontic Society*. 10:8-12.
- Wahdah, I., Wardhani, S., dan Darjito, D. 2014. Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Pengendapan Basah. *Kimia Student Journal*, Vol 1, No. 1, pp 92-97, Universitas Brawijaya Malang.
- Dahlan, K. 2013. Potensi Kerang Ranga sebagai Sumber Kalsium dalam Sintesis Biomaterial Substitusi Tulang. Lampung: Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung.

8. Ardabilly, T. 2013. Sintesis Hidroksiapatit Berbasis Limbah Cangkang Keong Sawah (*Bellamya javanica*) dan Modifikasi Pori Menggunakan Gelatin. Skripsi. Bogor: IPB
9. Nayak, A.K., Laha, B. & Sen, K. 2011. Development of Hydroxyapatite-Ciprofloxacin Bone-Implants using Quality by Design. *Acta Pharmaceutica*. 61. 25-36.
10. Salma, A., Stipniece K., & Irbe, L.Z. 2016. Effect of Biogenic and Synthetic Starting Materials on the Structure of Hydroxyapatite Bioceramics. *Ceramic International*, 42(8), 9504-9510.8.
11. Wardiana, A.E., Saputra, E.C, Shalli, F.G. 2019. Pemanfaatan Batu Kapur sebagai Bahan Baku Hidroksiapatit. *Unesa Journal of Chemistry*, Vol. 8, No. 2.
12. Supangat, D. dan Cahyaningrum, S.E. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Kepiting (*Scylla serrata*) dengan Metode Pengendapan Basah. *Skripsi*. Universitas Negeri Surabaya.
13. Taufik, A., Zuhani, A., Kusdaryono, S., Rosyidi, R.M. 2017. Karakterisasi *Hydroxyapatite* Alami yang dibuat dari Tulang Sapi dan Cangkang Telur sebagai Bahan untuk Donor Tulang (*Bone Graft*). *Jurnal Kedokteran Unram*. 6(1): 9-13.
14. Kheirallah, M. & Almeshaly, H. 2016. Present Strategies for Critical Bone Defects Regeneration. *Oral Health Case Reports*. 2. 127. 10.4172/2471-8726.1000127.
15. Ooi, C. Y., Hamdi, M., Ramesh, S. 2017. Properties of Hydroxyapatite Produced by Annealing of Bovine Bone. *Ceramic International*. 33: 1171-1177.
16. Khoo, W., Nor, F.M., Ardhyananta, and Kurniawan, D. 2015. Preparation of Natural Hydroxyapatite from Bovine Femur Bones Using Calcination at Various Temperatures. *Procedia Manufacturing*. 2: 196-201.
17. Figueiredo, M., Fernando, A., Martins, G., Freitas, J., Judas, F., Figueiredo, H. 2010. Effect of the Calcination Temperature on the Composition and Microstructure of Hydroxyapatite Derived from Human and Animal Bone. *Ceramics International*. 36: 2383-2393.
18. Solechan, & Saifudin, A. A. 2014. Karakterisasi Scaffold Bovine Hydroxyapatite dari Tulang Sapi Limbah Bakso Balungan untuk Aplikasi Implan Tulang Mandibula menggunakan Metode Kalsinasi. *Prosiding SNATIF*. 1: 129-136.
19. Ramadhan, M. I.F. dan Cahyaningrum, S. E. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit-Kolagen-Kitosan sebagai Bahan Material *Bone graft* menggunakan Metode *Ex-situ*. *Skripsi*. Universitas Negeri Surabaya.
20. Adrianto, J., Setiawan, A.P, dan Tanaya, F. 2019. Eksperimen dengan Media Tulang Sapi sebagai Media Alternatif Produk Interior. *Jurnal Intra*, Vol 7, No. 2. Universitas Kristen Petra.
21. Hutajulu, Adven FN. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Material Biokomposit Polylactic Acid (PLA) Berpenguat Serbuk Tulang Sapi sebagai Kandidat Bahan Tulang Buatan. *Skripsi*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
22. Lindawati, Z. dan Cahyaningrum, S.E. 2018. Pengaruh Komposisi Hidroksiapatit/ Kitosan/ Kolagen terhadap Karakteristik *Bone graft*. *Unesa Journal of Chemistry*, Vol. 7, No. 3.
23. Bang, L.T., S. Ramesh, J. Purbolaksono, Y.C. Ching, B.D. Long, Hari C., S. Ramesh, R. Othman. 2015. Effects of silicate and carbonate substitution on the properties of hydroxyapatite prepared by aqueous co-precipitation method. *Material and Design* 87. 788-796.
24. Khoiriyah, M., dan Cahyaningrum, S.E. 2018. Sintesis dan Karakterisasi *Bone graft* dari Komposit Hidroksiapatit/ Kolagen/ Kitosan (HA/Coll/Chi) dengan Metode *Ex-situ* sebagai Kandidat Implan Tulang. *Unesa Journal of Chemistry*, Vol. 7, No. 1.