

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG
IKAN GABUS (*Channa striata*) SERTA PENGARUH PENAMBAHAN
ALUMINA (Al_2O_3) TERHADAP SIFAT MEKANIK HIDROKSIAPATIT**

SKRIPSI

**Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Studi Kimia**



ANISA RACHMA ANJANI

08031181419057

JURUSAN KIMIA

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

2018

HALAMAN PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG IKAN GABUS (*Channa striata*) SERTA PENGARUH PENAMBAHAN ALUMINA (Al_2O_3) TERHADAP SIFAT MEKANIK HIDROKSIAPATIT

SKRIPSI

Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Ilmu Kimia pada Fakultas MIPA

Oleh:

ANISA RACHMA ANJANI

08031181419057

Indralaya, Mei 2018

Pembimbing I



Dr. Poedji Loekitowati H, M.Si
NIP. 196808271994022001

Pembimbing II



Dra. Fatma, M.S
NIP. 196207131991022001

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam



Prof. Dr. Dukhaq Iskandar, M. Sc.

NIP. 1972041997021001

HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa skripsi ini dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapit dari Tulang Ikan Gabus (*Channa striata*) Serta Pengaruh Penambahan Alumina (Al_2O_3) Terhadap Sifat Mekanik Hidroksiapit" telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji Karya Ilmiah Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 07 Mei 2018 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai masukan yang diberikan.

Indralaya, Mei 2018

Pembimbing :

1. **Dr. Poedji Loekitowati H, M.Si**
NIP. 196808271994022001

)

2. **Dra. Fatma, M.S**
NIP. 196207131991022001

)

Penguji :

1. **Widia Purwaningrum, M.Si**
NIP. 197304031999032001

)

2. **Dra. Julinar, M.Si**
NIP. 196507251993032002

)

3. **Dra. Desnelli, M.Si**
NIP. 196912251997022001

)

Mengetahui,



PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama mahasiswa : Anisa Rachma Anjani
NIM : 08031181419057
Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjaan strata (S1) Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lain.

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip narasumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, Mei 2018

Penulis,



Anisa Rachma Anjani
NIM. 08031181419057

HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai civitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Mahasiswa : Anisa Rachma Anjani

NIM : 08031181419057

Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia

Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalti non-ekslusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul: “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapit dari Tulang Ikan Gabus (*Channa striata*) Serta Pengaruh Penambahan Alumina (Al_2O_3) Terhadap Sifat Mekanik Hidroksiapit”. Dengan hak bebas royalti non-ekslusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalih, edit/memformatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai sebagai penulis dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, Mei 2018

Penulis,



Anisa Rachma Anjani
NIM. 08031181419057

HALAMAN PERSEMBAHAN

"Allah memberikan hikmah kepada siapa yang dikehendaki-Nya. Dan barangsiapa yang diberi hikmah, sungguh telah diberi kebaikan yang banyak. Dan tak ada yang dapat mengambil pelajaran kecuali orang-orang yang berakal"

(QS. Al-Baqarah 2:269)

"Barang siapa meniti jalan untuk mencari ilmu, maka Allah SWT memudahkan baginya jalan menuju surga"

(H.R. Muslim)

"Allah knows what is the best for you, just believe it.. and try to be best in every step of life"

(Anisa Rachma Anjani)

Puji syukur hanyalah milik ALLAH SWT dan Nabi Muhammad SAW sebagai panutan

Skripsi ini kupersembahkan kepada:

- ⊗ OrangtuaKu terkasih, atas doa
dan dukungannya yang sangat berharga
- ⊗ Saudara-saudariKu tersayang
- ⊗ PembimbingKu (Dr. Poedji Loekitowati H,M.Si &
Dra. Fatma, M.S)
- ⊗ Sahabat-sahabatKu terkasih
- ⊗ AlmamaterKu (Universitas Sriwijaya)

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT, atas segala rahmat dan karunia yang diberikan kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul : “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapit dari Tulang Ikan Gabus (*Channa striata*) Serta Pengaruh Penambahan Alumina (Al_2O_3) Terhadap Sifat Mekanik Hidroksiapit”. Skripsi ini disusun berdasarkan studi pustaka dan hasil penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia FMIPA UNSRI. Skripsi ini dibuat sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Jurusan Kimia Universitas Sriwijaya.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa dalam melaksanakan penelitian sampai terwujudnya skripsi ini penulis telah banyak mendapat bimbingan, pengarahan, dan bantuan dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Ibu Dr. Poedi Loekitowati H, M.Si selaku pembimbing I dan Dra. Fatma, M.S selaku pembimbing II atas bimbingan, motivasi, saran dan arahan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua Orangtua dan Keluarga Besar yang telah mendoakan dan memberikan semangat.
2. Bapak Prof. Dr. Iskhaq Iskandar, M.Sc, selaku Dekan FMIPA, Universitas Sriwijaya.
3. Bapak Dr. Dedi Rohendi, M.T, selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya.
4. Ibu Dr. Ferlinahayati, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Akademik.
5. Ibu Widia Purwaningrum M.Si, ibu Dra. Julinar, M.Si, dan ibu Dr. Desneli, M.Si selaku dosen penguji skripsi atas segala saran dan masukannya dalam perbaikan penulisan skripsi ini.
6. Seluruh Dosen FMIPA KIMIA atas ilmu dan bimbingannya selama masa perkuliahan. Sehat selalu Bapak/Ibu. Aamiiin.
7. Mbak Novi, kak Roni, dan kak Iin selaku administrator jurusan kimia yang telah memberikan pelayanan terbaik.

8. Analis kimia (Yuk Niar, Bu Yanti, dan Yuk Niar) serta seluruh karyawan/ti jurusan kimia FMIPA UNSRI.
9. Sahabat S.Si halalKu tersayang: kiki, uswa, mira, ninu, aria, miyah, yunita, geget, galuh, dan della atas dukungan, semangat dan doa yang tulus menyertai semasa perkuliahan hingga akhir perkuliahan. Kita untuk selamanya ☺
10. TEAM Analisa Squad: kiki, uswa, mira, ninu, aria, dan miyah yang setia menguatkan dan menemani suka dan duka penulis semasa penelitian ini berlangsung hingga akhir. Kalian terbaik ☺
11. Rekan-rekan MIKI'14 terkasih yang telah menemani semasa awal perkuliahan hingga akhir. Begitu banyak momen baik suka maupun duka yang kita lewati bersama, terima kasih. Kelak saat kita dipertemukan lagi inshaAllah dalam keadaan sukses dan sehat selalu ya. Aamiiin ☺
12. Mauly, gilang, syarifa, saniah, amik, imel, melia, aini, uty, vina, dan yara yang selalu menjaga baik silaturahmi dari awal SMA sampai sekarang, terima kasih atas dukungan dan doanya. Kalian selalu dihati ☺
13. Senior MIKI 2010, 2011, 2012, dan 2013
14. Junior MIKI 2015, 2016, dan 2017. Semangat kuliahnya dan segera menyusul ya, Aamiiin.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan baik isi maupun penyusunan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk menyempurnakan isi dan penyajian dimasa yang akan datang. Demikianlah, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak. Aamiiin.

Indralaya, Mei 2018

Penulis

SUMMARY

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF HYDROXYAPATITE FROM FISH BONE CORK (*Channa striata*) AND THE EFFECT OF ALUMINA (Al₂O₃) ADDITION ON HYDROXYAPATITE MECHANICAL PROPERTIES

Scientific writing in the form of skripsi, April 2018
xii + 82 pages, 9 tables, 11 figures, 28 appendices

Anisa Rachma Anjani: Supervised by Dr. Poedji Loekitowati H, M.Si and Dra. Fatma, M.S.

Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University.

The research about synthesis and characterization of hydroxyapatite (HAp) from fish bone cork (*Channa striata*) and the effect of alumina (Al₂O₃) addition on HAp mechanical properties has been done. This research aimed to acknowledge calcium concentration of fish bone cork , obtain optimum temperature and duration of calcination on HAp synthesis, morphology of HAp, elements which contained on HAp, and obtain composite HAp-alumina-gelatin compositions that comply as dental and bone implant materials.

The synthesis of HAp was carried out with Ca(OH)₂ and H₃PO₄ precursor and then it calcined with temperatures variation 700, 800, 900, and 1000°C and calcination duration 1, 2, 3, and 4 hours. The HAp powder that calcined with optimum temperature and calcination duration composited with alumina and gelatin. The characterization of HAp crystalline investigated by using XRD, morphologies and elements of HAp investigated by using SEM-EDS, and mechanical properties of HAp and composite HAp-alumina-gelatin which cover hardness investigated by using Vickers hardness and compressive strength using autograph.

The result shown that calcium concentration in the fish bone cork is 17,83%. HAp with the highest crystallinity formed at 900°C during 1 hour. SEM results describe that morphology from HAp form irregular crystal and large pore. EDS results describe that Ca/P ratio in the amount of 0.52. The result of characterization of mechanical properties showed that composite HAp-alumina-gelatin with 70 : 30 : 10, 60 : 30 : 10, 60 : 40 : 10, and 50 : 40 : 10 compositions occupied as dental and cancellous bone implant materials meanwhile 80 : 10 : 10 compositions occupied as cortical bone implant materials.

Keywords: Hydroxyapatite (HAp), fish bone cork, HAp-alumina-gelatine composite, mechanical properties.

RINGKASAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG IKAN GABUS (*Channa striata*) SERTA PENGARUH PENAMBAHAN ALUMINA (Al_2O_3) TERHADAP SIFAT MEKANIK HIDROKSIAPATIT

Karya tulis ilmiah berupa skripsi, April 2018
xii + 82 halaman, 9 tabel, 11 gambar, 28 lampiran

Anisa Rachma Anjani: Dibimbing oleh Dr. Poedji Loekitowati H, M.Si dan Dra. Fatma, M.S
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya.

Penelitian tentang sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit (HAp) dari tulang ikan gabus (*Channa striata*) serta pengaruh penambahan alumina terhadap sifat mekanik HAp telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar kalsium pada tulang ikan gabus, mendapatkan temperatur dan waktu kalsinasi optimum dalam pembentukkan HAp, menentukan morfologi HAp, unsur yang terkandung didalamnya, dan mendapatkan komposisi komposit HAp-Alumina-Gelatin yang memenuhi syarat sebagai material implan gigi dan tulang.

Sintesis HAp dilakukan dengan prekursor $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan H_3PO_4 lalu dikalsinasi pada variasi temperatur 700, 800, 900, dan 1000°C serta variasi waktu kalsinasi 1, 2, 3, dan 4 jam. Serbuk HAp yang telah dikalsinasi pada temperatur dan waktu kalsinasi optimum kemudian dikompositkan dengan alumina dan gelatin. Karakterisasi kristal HAp menggunakan XRD, morfologi dan unsur penyusun HAp menggunakan SEM-EDS, serta sifat mekanik HAp dan komposit HAp-alumina-gelatin yang meliputi kekerasan dan *modulus young* menggunakan *Vickers hardness* dan kekuatan tekan menggunakan *autograph*.

Hasil penelitian menunjukkan kadar kalsium tulang ikan gabus sebesar 17,83%. HAp dengan kristalinitas tertinggi terbentuk pada temperatur 900°C selama 1 jam. Hasil SEM menunjukkan bahwa morfologi dari HAp membentuk partikel dengan ukuran yang tidak seragam dan pori yang cukup besar. Hasil EDS menunjukkan bahwa rasio Ca/P sebesar 0,52. Hasil karakterisasi sifat mekanik menunjukkan komposit HAp-alumina-gelatin dengan komposisi 70 : 20 : 10, 60 : 30 : 10, 50 : 40 : 10, dan 50 : 40 : 10 telah memenuhi syarat sebagai material implan gigi dan tulang *cancellous* sedangkan komposisi 80 : 10 : 10 memenuhi syarat sebagai material implan tulang kortikal.

Kata Kunci: Hidroksiapatit (HAp), tulang ikan gabus, komposit HAp-alumina-gelatin, sifat mekanik

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
SUMMARY	ix
RINGKASAN	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi

BAB I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Manfaat Penelitian.....	4

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Senyawa Hidroksiapatit (HAp)	5
2.2. Tulang Ikan Gabus	6
2.3. Sintesis Hidroksiapatit (HAp)	7
2.4. Alumina	8
2.5. Komposit HAp-Alumina-Gelatin	9
2.6. Spektrometri Serapan Atom (SSA)	11
2.7. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	13

2.8. Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS).....	14
2.9. Metode Pengujian Sifat Mekanik	15
2.9.1. Uji Kekerasan dan <i>Modulus Young</i> Menggunakan <i>Vickers Hardness</i>	15
2.9.2. Uji Kekuatan Tekan Menggunakan <i>Autograph</i>	17
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	
3.1. Waktu dan Tempat	19
3.2. Alat dan Bahan	19
3.2.1. Alat.....	19
3.2.2. Bahan	19
3.3. Prosedur Penelitian.....	19
3.3.1. Preparasi Tulang Ikan Gabus	19
3.3.2. Pembuatan Larutan Standar Kalsium.....	20
3.3.2.1. Pembuatan Larutan Induk Kalsium (1000 ppm)....	20
3.3.2.2. Pembuatan Larutan Induk Kalsium (100 ppm).....	20
3.3.2.3. Pembuatan Larutan Induk Kalsium (50 ppm).....	20
3.3.2.4. Pembuatan Larutan Induk Kalsium (0 - 5 ppm)	20
3.3.3. Pembuatan Kurva Kalsibrasi.....	20
3.3.4. Penentuan Kadar Ca dalam CaO Tulang Ikan Gabus	21
3.3.5. Sintesis Hidroksiapatit (HAp).....	21
3.3.6. Variasi Temperatur Kalsinasi HAp	22
3.3.7. Variasi Waktu Kalsinasi HAp	22
3.3.8. Karakterisasi HAp Menggunakan XRD	22
3.3.9. Karakterisasi HAp Menggunakan SEM-EDS	22
3.3.10. Sintesis Komposit HAp-Alumina-Gelatin	22
3.3.11. Uji Sifat Mekanik HAp dan Komposit HAp-Alumina-Gelatin	23
3.3.11.1. Uji Kekerasan dan <i>Modulus Young</i>	23

3.3.11.2. Uji Kekuatan Tekan (<i>Compressive Strength</i>)	23
3.4. Analisis Data	23
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1. Kalsium Pada Tulang Ikan Gabus.....	26
4.2. Hidroksiapatit (HAp) Hasil Sintesis.....	27
4.2.1. HAp Hasil Sintesis Pada Variasi Temperatur Kalsinasi	27
4.2.1.1. Rendemen HAp.....	27
4.2.1.2. Karakterisasi HAp Menggunakan XRD.....	28
4.2.2. HAp Hasil Sintesis Pada Variasi Waktu Kalsinasi	31
4.2.2.1. Rendemen HAp.....	31
4.2.2.2. Karakterisasi HAp Menggunakan XRD	31
4.3. Karakterisasi HAp Menggunakan SEM-EDS.....	34
4.4. Hasil Uji Sifat Mekanik HAp	35
4.5. Hasil Uji Sifat Mekanik Komposit HAp-Alumina-Gelatin ...	36
4.5.1 Hasil Uji Kekerasan Vikers (<i>Vickers Hardness</i>)	36
4.5.2 Hasil Uji <i>Modulus Young</i>	37
4.5.3 Hasil Uji Kekuatan Tekan (<i>Compressive Strength</i>)	39
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan	41
5.2. Saran.....	41
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	48
DAFTAR RIWAYAT HIDUP	82

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Karakteristik biomekanik tulang sehat.....	10
Tabel 2. Persen rendemen HAp pada variasi temperatur kalsinasi.....	27
Tabel 3. Puncak-puncak tertinggi dari hasil uji XRD sampel HAp pada variasi temperatur kalsinasi.....	28
Tabel 4. Hasil Perhitungan ukuran kristal HAp pada variasi temperatur kalsinasi.....	30
Tabel 5. Persen rendemen HAp pada variasi waktu kalsinasi	31
Tabel 6. Puncak-puncak tertinggi dari hasil uji XRD sampel HAp pada variasi waktu kalsinasi	32
Tabel 7. Hasil perhitungan ukuran kristal HAp pada variasi waktu kalsinasi.....	33
Tabel 8. Data persen massa unsur penyusun HAp	35
Tabel 9. Hasil uji sifat mekanik komposit HAp-alumina-gelatin	36

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur kimia HAp	5
Gambar 2. Alat uji kekerasan dan <i>modulus young</i>	16
Gambar 3. Alat uji kekuatan tekan.....	17
Gambar 4. Difraktogram hasil uji XRD serbuk CaO tulang ikan gabus.	26
Gambar 5. HAp sebelum kalsinasi (a) dan HAp setelah kalsinasi (b)	27
Gambar 6. Difraktogram hasil uji XRD HAp pada variasi temperatur kalsinasi.....	29
Gambar 7. Difraktogram hasil uji XRD HAp pada variasi waktu kalsinasi.....	32
Gambar 8. Hasil karakterisasi SEM HAp 5000x (a) dan 20000x (b)	34
Gambar 9. Grafik hasil uji kekerasan HAp-alumina-gelatin	37
Gambar 10. Grafik hasil uji <i>modulus young</i> HAp-alumina-gelatin	38
Gambar 11. Grafik hasil uji kekuatan tekan HAp-alumina-gelatin	39

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian	48
Lampiran 2. Data Spektra XRD CaO dari Tulang Ikan Gabus	49
Lampiran 3. JCPDS untuk Senyawa Kalsium Oksida (CaO)	51
Lampiran 4. Kurva Kalibrasi.....	52
Lampiran 5. Data Perhitungan Kadar Kalsium pada Serbuk CaO Tulang Ikan Gabus	54
Lampiran 6. Perhitungan Stoikiometri Reaksi Sintesis HAp.....	56
Lampiran 7. Perhitungan Berat HAp Teori.....	57
Lampiran 8. Data Massa Sebelum dan Sesudah Sintesis HAp pada Variasi Temperatur dan Waktu kalsinasi	58
Lampiran 9. Data Perhitungan % Rendemen HAp pada Variasi Temperatur Kalsinasi.....	59
Lampiran 10. Data Perhitungan % Rendemen HAp pada Variasi Waktu Kalsinasi	60
Lampiran 11. JCPDS No. 09-432 untuk Senyawa Hap	61
Lampiran 12. Data Spektra XRD HAp pada Temperatur 700°C.....	62
Lampiran 13. Data Spektra XRD HAp pada Temperatur 800°C.....	63
Lampiran 14. Data Spektra XRD HAp pada Temperatur 900°C.....	64
Lampiran 15. Data Spektra XRD HAp pada Temperatur 1000°C.....	65
Lampiran 16. Data Spektra XRD HAp pada Waktu Kalsinasi 1 Jam.....	66
Lampiran 17. Data Spektra XRD HAp pada Waktu Kalsinasi 2 Jam.....	67
Lampiran 18. Data Spektra XRD HAp pada Waktu Kalsinasi 3 Jam.....	68
Lampiran 19. Data Spektra XRD HAp pada Waktu Kalsinasi 4 Jam.....	69
Lampiran 20. Data Perhitungan Ukuran Kristal HAp pada Variasi Temperatur Kalsinasi	70
Lampiran 21. Data Perhitungan Ukuran Kristal HAp pada Variasi Waktu Kalsinasi	71
Lampiran 22. Hasil Karakterisasi SEM-EDS.....	72

Lampiran 23. Penentuan Rasio Perbandingan mol Ca/P HAp Hasil Analisis SEM-EDS.....	73
Lampiran 24. Perhitungan Nilai Mekanik HAp.....	74
Lampiran 25. Perhitungan Nilai Kekerasan Komposit HAp-Alumina-Gelatin	76
Lampiran 26. Perhitungan Nilai <i>Modulus Young</i> HAp dan Komposit HAp-Alumina-Gelatin	77
Lampiran 27. Perhitungan Nilai Kekuatan Tekan HAp dan Komposit HAp-Alumina-Gelatin	78
Lampiran 28. Gambar Penelitian	79

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan senyawa anorganik penyusun jaringan keras (*hard tissue*) tubuh manusia seperti tulang dan gigi (Darwis & Yessy, 2008). HAp memiliki berat mencapai 69% dari berat tulang alami dan memiliki struktur heksagonal yang merupakan senyawa paling stabil dalam cairan tubuh (Farzadi *et al*, 2011). Maraknya kasus patah tulang ataupun kelainan tulang dan gigi, dalam bidang biomedis sedang berkembang pembuatan HAp sintetik sebagai material implan tulang dan gigi. HAp sintetik dijadikan salah satu alternatif yang diharapkan efektif memperbaiki jaringan tulang yang rusak tanpa memberikan efek negatif bagi kesehatan pasien.

HAp sintetik banyak digunakan sebagai material implan tulang atau *bone filler* (pengisi tulang) karena kemiripannya dengan struktur kimia tulang dan jaringan keras pada mamalia sehingga memiliki sifat bioaktif, biokompatibel, dan bioresorbable (Afrizal dan Gunawarman, 2016). HAp dapat disintesis dari persenyawaan kalsium (Ca) dan posfor (P) dengan perbandingan mol Ca/P = 1,67 (Farzadi *et al*, 2011).

Sintesis HAp telah dilakukan dengan berbagai sumber kalsium. Pemanfaatan bahan alami sebagai sumber kalsium telah berkembang, dapat berasal dari cangkang telur ayam, cangkang kerang, tulang sapi, dan tulang ikan (Akram *et al*, 2013 dan Hartati dkk, 2014). Tulang ikan gabus misalnya, di Sumatera Selatan merupakan limbah dari industri pengolahan pempek dan kerupuk ikan yang menjadi makanan khas kota Palembang. Cucikodana (2012) melaporkan kandungan kalsium pada tulang ikan gabus berkisar antara 16,86-22,77%. Adanya kadar kalsium yang dimiliki tulang ikan gabus oleh karena itu pada penelitian ini digunakan sebagai sumber kalsium dalam síntesis HAp.

Kualitas HAp yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh derajat kristalinitasnya. Derajat kristalinitas yang tinggi menyebabkan HAp lebih stabil dan lebih sulit larut (Mozartha, 2015). Menurut Suryadi (2011), kristalinitas HAp akan semakin tinggi seiring dengan naiknya temperatur kalsinasi, namun menurut

Solechan dan Anwar (2014) HAp yang dikalsinasi pada temperatur terlalu tinggi dapat menurunkan kristalinitas HAp karena adanya kerusakan kristal pada sampel. Solechan (2015) melakukan sintesis HAp dengan variasi temperatur kalsinasi 900°C, 1000°C, dan 1100°C. Pada temperatur kalsinasi 900°C diperoleh HAp dengan kristalinitas yang lebih tinggi.

Derajat kristalinitas HAp juga dipengaruhi oleh waktu kalsinasi yang digunakan pada sintesis HAp. Permada (2013) melakukan sintesis HAp dengan variasi waktu kalsinasi 1, 3 dan 5 jam, dan dari hasil penelitiannya diperoleh waktu kalsinasi 3 jam menghasilkan HAp dengan derajat kristalinitas yang lebih tinggi sedangkan menurut Piranika (2017) waktu kalsinasi 2 jam menunjukkan derajat kristalinitas terbaik dari HAp. Hal ini ditunjukkan oleh puncak-puncak difraksi yang lebih tajam pada grafik XRD.

Aplikasi HAp sebagai material implan tulang memiliki keterbatasan akibat sifat mekaniknya yang rendah (rapuh) (Darwis dan Yessy, 2008). Modifikasi untuk meningkatkan sifat mekanik HAp agar memenuhi syarat sebagai material implan tulang maupun gigi dapat dilakukan dengan cara mengkompositkan HAp dengan material lain yang memiliki sifat mekanik lebih tinggi. Material implan harus memenuhi karakteristik biomekanik untuk tulang kortikal / *cancellous* yang diganti diantaranya memiliki nilai kekuatan tekan 2-12 MPa (tulang *cancellous*), 100-230 MPa (tulang kortikal) serta *modulus young* 0,05-0,5 GPa (tulang *cancellous*) 7-30 GPa (tulang kortikal) (Ficai *et al*, 2011) sedangkan untuk implan gigi material implan harus memiliki nilai yang sesuai dengan nilai kekerasan dari dentin gigi manusia yaitu 0,25-0,8 Gpa (Noerjannah dkk, 2015).

Alumina (Al_2O_3) merupakan material yang kuat secara mekanik dapat digunakan sebagai material penguat pada sintesis biokomposit (Ratner *et al*, 2004). Alumina memiliki kekuatan yang tinggi dan sangat keras (Raharjo dkk, 2015). Yudiyanto dkk (2016) telah melakukan sintesis komposit HAp-Alumina dengan variasi perbandingan HAp:alumina (90:10), (70:30), dan (50:50). Dari hasil penelitiannya, diperoleh bahwa kekerasan HAp meningkat seiring dengan banyaknya alumina yang terdapat dalam sampel komposit, namun penambahan alumina yang berlebih dapat menyebabkan kekakuan pada material komposit. Untuk itu, pada pembuatan komposit HAp-alumina menggunakan gelatin sebagai

bahan campuran. Menurut Bundela dan Bajpai (2008), kombinasi antara material HAp dan hidrogel elastis seperti gelatin dapat menghasilkan material dengan sifat yang unik diantaranya kekakuan rendah, tahan terhadap regangan, dan tidak mudah patah.

Pada penelitian ini dipelajari sintesis HAp dari tulang ikan gabus dengan metode sol-gel. HAp hasil sintesis pada variasi temperatur dan waktu kalsinasi dikarakterisasi dengan Spektrometer XRD (*X-Ray Difraction*) untuk menentukan kristalinitas dan ukuran kristal, SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk mengamati morfologi dari permukaan HAp serta mengamati unsur yang terkandung dalam HAp. Hasil karakterisasi XRD yang menunjukkan kristalinitas terbaik digunakan untuk mensintesis komposit HAp-alumina-gelatin. Penambahan alumina diharapkan mampu mengatasi sifat rapuh HAp. Variabel penelitian ini meliputi variasi temperatur kalsinasi 700°C, 800°C, 900°C, dan 1000°C, waktu kalsinasi 1, 2, 3, dan 4 jam dan variasi komposisi HAp:alumina-gelatin (80:10:10), (70:20:10), (60:30:10), (50:40:10), dan (40:50:10). Untuk melihat perubahan sifat mekanik HAp setelah dikompositkan maka dilakukan uji sifat mekanik yang meliputi uji kekerasan dan *modulus young* dengan *Vickers hardness* dan uji kekuatan tekan dengan *autograph*.

1.2 Rumusan Masalah

Dalam pembuatan HAp membutuhkan sumber kalsium. Pada penelitian ini digunakan tulang ikan gabus sebagai sumber kalsium dimana kandungan kalsium pada tulang ikan gabus menurut Cucikodana (2012) rata-rata berkisar antara 16,86%-22,77%. Sintesis HAp dilakukan dengan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur tinggi. Struktur HAp yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh temperatur dan lama kalsinasi. Hasil sintesis HAp dengan karakteristik terbaik dikompositkan dengan penambahan alumina dan gelatin untuk mengatasi sifat mekanik HAp yang rendah, oleh sebab itu rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Berapa kadar kalsium yang terkandung pada tulang ikan gabus ?
2. Bagaimana pengaruh temperatur dan waktu kalsinasi pada sintesis HAp terhadap derajat kristalinitas HAp yang diperoleh?

3. Bagaimana morfologi dan unsur apa saja yang terkandung pada senyawa HAp hasil sintesis?
4. Bagaimana pengaruh penambahan alumina terhadap sifat mekanik HAp dalam sintesis komposit HAp-alumina-gelatin ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menentukan kadar kalsium dari tulang ikan gabus menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*).
2. Mendapatkan temperatur dan waktu kalsinasi optimum pembentukkan HAp melalui karakterisasi menggunakan XRD.
3. Menentukan morfologi dari senyawa HAp dan unsur yang terkandung berdasarkan karakterisasi SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy*).
4. Mendapatkan komposisi komposit HAp-Alumina-Gelatin yang memenuhi syarat sebagai material implan gigi maupun tulang melalui uji kekerasan dan *modulus young* dengan *Vickers hardness* dan kekuatan tekan dengan *autograph*.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan mampu mengurangi limbah tulang ikan gabus melalui pemanfaatan limbah tulang ikan gabus sebagai sumber kalsium alami yang ekonomis dalam sintesis HAp dimana HAp dapat diaplikasikan sebagai implan tulang dan gigi pada bidang medis serta dapat meningkatkan sifat mekanik dari HAp dengan penambahan alumina dalam sintesis komposit HAp-alumina-gelatin.

DAFTAR PUSTAKA

- Akram, M., Ahmed, R., Shakir, I., Wan-Aini., Wan-Ibrahim., and Hussain, R. 2013. Extracting Hydroxyapatite and Its Precursors from Natural Resources. *Journal of Material Science*. 49(4): 1461-1475.
- Afrizal dan Gunawarman. 2016. Analisa Struktur Mikro Material Substitusi Hidroksipapatit Cangkang Kerang Darah dan Resin Akrilik Bahan Pembuat Gigi untuk Aplikasi Gigi Tiruan. *Surya Teknika*. 1(4): 1-9.
- Badan Standarisasi Nasional. 1992. SNI 01-3158-1992. *Tepung Tulang untuk Bahan Baku Makanan Ternak*.
- Badan Standarisasi Nasional. 2005. SNI 06-6989.56-2005. *Cara Uji Kadar Kalsium (Ca) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)*.
- Bang, L.T., Ramesh, S., Purbolaksono, J., Ching, Y.C., Long, B.D., Chandran, H., and Othman, R. 2015. Effects of Silicate and Carbonate Substitution on the Properties of Hydroxyapatite Prepared By Aqueous Co-Precipitation Method. *Materials and Design*. 87(2015): 788-796.
- Beer, F.P., Johnston, E., Ruussell., Dewolf, J., and Mazurek, D. 2009. *Mechanics of Materials*. McGraw Hill: hal 56. ISBN 978-0-07-015389-9.
- Bundela, H and Bajpai A.K. 2008. Design of Hydroxyapatite-Gelatin Based Porous Matrix As Bone Substitute: Correlation with Biocompatibility Aspects. *J express Polymer Letters*. 2(3): 201-213.
- Cahyanto, A., Kosasih, E., Aripin, D., and Hasratiningssih, Z. 2016. Fabrication of hydroxyapatite from Fish Bones Waste Using Reflux Method. *Material Science and Engineering*. 172: 1-5.
- Chasanah, E., Mala, N., Ayu, R.P., dan Diini, F. 2015. Komposisi Kimia, Kadar Albumin dan Bioaktivitas Ekstrak Protein Ikan Gabus (*Channa striata*) Alam dan Hasil Budidaya. *JPB Kelautan dan Perikanan*. 10(2): 123-132.
- Cucikodana, Y., Supriadi, A., dan Purwanto, B. 2012. Pengaruh Perbedaan Suhu Perebusan dan Konsentrasi NaOH Terhadap Kualitas Bubuk Tulang Ikan Gabus (*Channa striata*). *Fishtech*. 1(1): 91-101.
- Cullity, B.D and Stock, S.R. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. Prentice Hall, New Jersey.
- Cunniffe, G.M., Obrian, F.J., Partap, S., Levingstone, T.J., Stanton, K.T., and Dickson, G.R. 2010. The Synthesis and Characterization of Nanophase Hydroxyapatite Using A Novel Dispersant-Aided Precipitation Method. *J Biomed Mat Resch*. 95(4): 1142-1149.

- Darwis, D dan Yessy, W. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) Sebagai Graft Tulang Sintetik. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi*. 4(2): 143-153.
- Dawnay, E.J.C. 1997. *Growth and Characterization of Semiconductor Nanoparticles in Porous Sol-Gel Film*. Departement of Electrical and Electronic Engineering, Imperial College.
- Dieter, J.R and George, E. 1961. *Mechanical Metallurgy*. America: McGraw-Hill Book Company.
- Evans, E.H., Ebdon, L., and Fisher, A. 1998. *An Introduction to Analytical Atomic Spectrometry*. UK: University of Plymouth.
- Fahlman, B.D. 2010. *Materials Chemistry Second Edition*. USA: Central Michigan University.
- Farzadi, A., Soltani, H. M., Bakhshi, F., and Aminian. 2011. Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite / β -Ricalcium Phosphate Nanocomposites Using Microwave Irradiation. *Journal Ceramics International*. 37: 65-71.
- Ficai, A., Andronescu, E., Voicu, G., and Ficai, D. 2011. *Advances in Composite Materials for Medicine and Nanotechnology*. Romania: Politehnica University of Bucharest Romania.
- Hartati, E., Duyeh, S dan Yati, B.Y. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (Hap) untuk Bahan Pengikat Tungstat dalam Sistem Generator $^{188}\text{W}/^{188}\text{Re}$. *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*. 15(2): 55-68.
- Istifarah. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dari Tulang Sotong (*Sepia Sp.*)-Kitosan untuk Kandidat Aplikasi *Bone Filler*. *Skripsi*. Surabaya: Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Kailasanathan, C and Selvakumar, N. 2016. Influence of Alumina Reinforcement on Nano-Hydroxyapatite/Bio-Polymer Composite for Biomedical Applications. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*. 1(1): 1-19.
- Kieswetter, K., Bauer, T.W., Brown, S.A., Lente, F.V., and Merritt, K. 1994. Characterization of Calcium Phosphate Powders by ESCA and EDXA. *Journal Biomaterials*. 15(3): 183-188.
- Kim, S.K and Mendis, E. 2006. Bioactive Compounds from Marine Processing by Products – A review. *Food Research International*. 39: 383-393.
- Kusrini, E and Sontang, M. 2012. Characterization of X-Ray Diffraction and Electron Spin Resonance: Effects of Sintering Time and Temperature on Bovine Hydroxyapatite. *Rad. Physical and Chem.* 81(2): 118-125.

- Lesbani, A., Sabat, O.C.S., Risfidian, M., dan Nurlisa, H. 2016. Characterization and Utilization of Calcium Oxide (CaO) Thermally Decomposed from Fish Bones as a Catalyst in the Production of Biodiesel from Waste Cooking Oil. *Makara J. Technol.* 20(3): 121-126.
- Mozartha, M., Praziandithe, M., dan Sulistiawati. 2015. Pengaruh Penambahan Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Terhadap Kekuatan Tekas Glass Ionomer Cement. *Jurnal B-Dent.* 3(1): 75-81.
- Muliati. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Tuna (*Thunus sp.*). *Skripsi*. Makasar: Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin.
- Narbat, M.K., Fariba, O., Mehran, S.H., and Azadeh, G. 2006. Fabrication of porous hydroxyapatite-gelatin composite scaffolds for bone tissue engineering. *J Iran Biomed.* 10(4): 215-223.
- Nasab, M.B and Hassan, M.R. 2010. Metallic Biomaterials of Knee and Hip – A Review. *Trends Biomater, Artif, Organs.* 24(1): 69-82.
- Nazar, J. 2008. Tulang: Tinjauan dari Sudut Pandang Fisika. *Majalah Kedokteran Andalan.* 32(2): 127-134.
- Noerjannah, L.I., Hartatiek., dan Mufti, N. 2015. *Pengaruh Komposisi Terhadap Densitas dan Kekerasan Nanokomposit Hidroksiapatit-Polietilen Glikol.* Malang: Universitas Negeri Malang.
- Olea, M.O., Contreras, B.R., Zamudio, O.C.M., Morales, L.R.A., Olea, C.O., and Lopez, C.R. 2014. *Scanning Electron Microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy Microanalysis Applied to Human Dental Specimens Under Laser Irradiation for Caries Prevention.* Microscopy: Advances in Scientific Research and Education.
- Pang, Y.X and Bao, X. 2003. Influence of Temperature, Ripening Time and Calcination on The Morphology and Cristallinity of Hydroxiapatite Nanoparticles. *Journal of The European Ceramic Society.* 23: 1697-1704.
- Pallela, R., Venkatesan, J., and Kim, S.K. 2011. Polymer assisted isolation of hydroxyapatite from Thunnus obesus bone. *Journal Ceramics International.* 37: 3489-3497.
- Permada, B. 2013. Kajian Struktur dan Morfologi Hidroksiapatit yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal. *Skripsi*. Bogor : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Piranika, S. 2017. Pengaruh Temperatur dan Lama Pemanasan Pada Pembuatan Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Emas (*Pomacea Canaliculata L.*).

- Skripsi.* Inderalaya: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya.
- Purwasasmita, B.S dan Gultom, R.S. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksipatit Skala Sub-Mikron Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Bionatura.* 10(2): 155-167.
- Raharjo, J., Sri, R., dan Tika, M. 2015. *Pengaruh Tingkat Kemurnian Bahan Baku Alumina Terhadap Temperatur Sintering dan Karakteristik Keramik Alumina.* Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan”: ISSN 1693-4393.
- Ratner, B.D., Hoffman, A.S., Schoen, F.J., and Lemons, J.E. 2004. *Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine, 2nd Edition.* San Diego: Elsevier Academic.
- Rudyardjo, D.I. 2012. *Pengukuran Kekuatan tekan Benda Padat.* Surabaya: Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Saeri, M.R., Afshar, A., Ghorbani, M., Ehsani, N., and Sorrell, C.C. 2003. The Wet Precipitation Process of Hydroxyapatite. *Materials Letters.* 57: 4064-4069.
- Sahin, E. 2006. Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite-Alumina-Zirconia Biocomposites. *Thesis.* Izmir: Izmir Institute of Technology.
- Saleha., Mutmainnah, H., Nuur, A., Sudirman., dan Subaer. 2015. *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksipatit dari Nanopartikel Kalsium Oksida (CaO) Cangkang Telur untuk Aplikasi Dental Implan.* Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIX HFI: ISSN 0853-0823.
- Setiadi, B. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksipatit Berbasis Cangkang Kerang Mencos (*Anadara maculosa*). *Skripsi.* Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Septiani, L., Yudyanto., dan Hartatiek. 2009. Pengaruh Lama Maturasi Terhadap Derajat Kristalinitas dan Kekerasan (*Hardness*) Nano-hidroksipatit dari Calcite Druju Malang. 1(1): 1-5.
- Solechan dan Anwar, S.A. 2014. *Karakterisasi Scaffold Bovine Hydroxyapatite dari Tulang Sapi Limbah Bakso Balungan untuk Aplikasi Implan Tulang Mandibular Menggunakan Metode Kalsinasi.* Prosiding SNATIF: ISBN 978-602-1180-04-4.
- Solechan. 2015. Pembuatan Material Sintesis Nano Hidroksipatit untuk Aplikasi Scaffolds Tulang Mandibula dari Tulang Cumi Sotong Menggunakan Metode Kalsinasi. *Jurnal Gardan.* 5(1): 1-12.

- Sopyan, I., Mel, M., Ramesh, S., and Khalid, K.A. 2006. Porous Hydroxyapatite for Artificial Bone Applications. *Science and Technology of Advanced Materials.* 8: 116–123.
- Suryadi. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. *Skripsi.* Depok: Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Suwandi, R., Nurjanah., dan Margaretha, W. 2014. Proporsi Bagian Tubuh dan Kadar Proksimat Ikan Gabus Pada Berbagai Ukuran. *JPHPI.* 7(1): 22-28.
- Thamaraiselvi, T.V., Prabakaran, K., and Rajeswari, S. 2006. Synthesis of Hydroxyapatite that Mimic Bone Mineralogy. *Trends Biomater Artif Organs.* 19(2): 81-83.
- Trilaksani, W., Salamah, E., dan Nabil, M. 2006. Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Tuna (*Thunnus sp.*) Sebagai Sumber Kalsium dengan Metode Hidrolisis Protein. *Buletin Hasil Perikanan.* 9(2): 34-35.
- Vlack, V. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan.* Jakarta: Erlangga.
- Wardani, D.P., Suharyadi, E., dan Abraha, K. 2012. *Kajian awal identifikasi perbedaan gelatin sapi dan gelatin babi menggunakan biosensor berbasis Surface Plasmon Resonance (SPR).* Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI: ISSN 0853-0823.
- Widodo, S. 2010. *Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk Aplikasi Sensor Gas.* Seminar Rekayasa Kimia dan Proses: ISSN 1411- 4216.
- Windarti, T. 2017. *Studi Kemungkinan Penggunaan Hidroksiapatit Hasil Metode Presipitasi Kimia Sebagai Material Implan Tulang.* Semarang: Universitas Diponogoro.
- West, A.R. 2013. *Solid State Chemistry and Its Applications Second Edition.* UK: University of Sheffield.
- Yudiyanto., Rulita, K., dan Hartatiek. 2016. *Pengaruh Komposisi Alumina Terhadap Kekerasan Mikro dan Toksisitas Nanokomposit Hidroksiapatit-Alumina.* Seminar Nasional Jurusan Fisika Fmipa UM: ISBN 978-602-71729-19.

Yulisman, M., Fitriani, D., dan Jubaedah. 2012. Peningkatan pertumbuhan dan Efisiensi Pakan Ikan Gabus (*Channa striata*) Melalui Optimasi Kandungan Protein Dalam Pakan. *Berkala Perikanan Terubuk*. 40(2): 47-55.