

Pengaruh Massa Hydroxyapatite dari Limbah Tulang Ikan Tenggiri Terhadap Kemampuan Adsorpsi Logam Krom

Gema Fitriyano^{1,*}, Rosi Mulia Sari¹, Syamsudin AB¹

¹Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta, Jl. Cempaka Putih Tengah 27, Kode Pos 10510

*E-mail koresponden : gema.fitriyano@umj.ac.id

ABSTRAK

Tulang ikan tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) merupakan salah satu bentuk sisa dari pengolahan ikan yang belum banyak dimanfaatkan. Tulang ikan memiliki kandungan kalsium dan fosfor. Tulang ikan dapat diolah menjadi biomaterial hydroxyapatite. Hydroxyapatite, dengan rumus $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan biomaterial multifungsi yang berperan sebagai implan tulang, penyerap logam berat, penstabil limbah radioaktif, serta support untuk katalis. Namun, produksi komersial hydroxyapatite cenderung melibatkan proses yang tergolong biaya tinggi. Usaha memproduksi hydroxyapatite dengan biaya rendah dilakukan dengan memanfaatkan limbah tulang ikan. Pembuatan fishbone hydroxyapatite dilakukan melalui dua tahap: persiapan bahan baku tulang ikan dan pembakaran pada suhu tinggi dalam furnace. Penelitian ini difokuskan pada pengaruh kondisi operasi massa hydroxyapatite. Waktu pembakaran memiliki pengaruh besar dalam pembuatan fishbone hydroxyapatite. Analisis ICP menunjukkan bahwa kondisi operasi yang lebih signifikan memberikan perbedaan hasil untuk setiap sampel, yaitu massa pembakaran, yang berpengaruh terhadap kristalinitas sampel. Semakin banyak massa yang digunakan, semakin tinggi kristalinitas sampel hasil pembakaran tulang ikan. Hasil penelitian ini menunjukkan kondisi optimum pada massa pembakaran 0,5 gram dengan kemampuan penyerapan 98,00%.

Kata kunci: Hydroxyapatite, ICP-OES, Tulang Ikan Tenggiri.

ABSTRACT

*Mackerel fishbone (*Scomberomorus guttatus*) is an underutilized byproduct of fish processing, yet it is rich in calcium and phosphorus. These fish bones can be transformed into hydroxyapatite biomaterial. Hydroxyapatite [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$] is a multifunctional biomaterial that serves various purposes, including bone implants, heavy metal adsorbers, radioactive waste stabilizers, and catalyst supports. However, conventional commercial production methods tend to be costly. To reduce production costs, efforts have been made to produce hydroxyapatite from fishbone waste. The synthesis of fishbone hydroxyapatite occurs in two stages: the preparation of fishbone raw materials and high-temperature calcination in a furnace. This research focuses on the influence of operational conditions on the mass of hydroxyapatite produced. The burning time significantly affects the production of fishbone hydroxyapatite. Inductively Coupled Plasma (ICP) analysis was conducted to examine how variations in operational conditions impact the results for each sample, specifically regarding burning mass, which influences the crystallinity of the samples. An increase in mass correlates with enhanced crystallinity of the burned fishbone samples. The optimal condition identified in this study was a burning mass of 0.5 grams, resulting in an adsorption capacity of 98.00%.*

Keywords: Hydroxyapatite, ICP-OES, Mackerel Fishbone.

1. PENDAHULUAN

Hydroxyapatite $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ merupakan kristal kalsium apatite yang banyak dimanfaatkan sebagai implan tulang karena kemampuannya bersinergi dengan tubuh manusia. Selain sebagai implan tulang, kristal ini juga berfungsi sebagai penyerap logam berat, penstabil limbah radioaktif, serta sedang dalam penelitian untuk dimanfaatkan sebagai support katalis (Baloga, 2019). Hydroxyapatite komersial dibuat dengan beberapa teknik, antara lain wet chemical methods (presipitasi), teknik hydrothermal, hidrolisis kalsium fosfat, atau reaksi sol-gel, yang semuanya tergolong sebagai *high-cost production*. (Amin et al., 2016).

Tingginya biaya produksi tersebut membuat banyak peneliti berusaha mencari alternatif pembuatan hydroxyapatite dari sumber alaminya yang lebih murah. Sumber alami hydroxyapatit antara lain terdapat pada tulang ikan dengan kadar 43% berat tulang (Wang et al., 2006).

Selama ini sebagian besar kebutuhan hydroxyapatite di Indonesia dipenuhi dengan cara mengimpornya dari negara lain seperti Jepang, Jerman, Amerika Serikat, dan Swiss, karenanya harga jual hydroxyapatite di Indonesia sangat mahal. Dilain pihak, indonesia menghasilkan 3 juta ton tulang ikan yang belum termanfaatkan dengan optimal. Dari berbagai jenis, ikan tengiri tergolong mempunyai nilai ekonomi tinggi di Indonesia maupun beberapa negara lain.

Indonesia menempati urutan pertama dari lima besar negara penghasil tengiri di dunia (Pradhan, 2011). Penelitian mengenai pembuatan hydroxyapatite dari limbah tulang ikan tengiri dapat memberikan kontribusi besar dalam menangani masalah tersebut.

Penelitian mengenai pembuatan hydroxyapatite dari tulang ikan (fishbone hydroxyapatite) pertama kali dilakukan oleh Ozawa et. al. dimana hydroxyapatite dihasilkan melalui proses pembakaran tulang ikan di suhu tinggi. Selanjutnya banyak penelitian diarahkan pada kondisi operasi berupa jenis tulang ikan,

suhu, massa dan waktu pembakaran yang berpengaruh terhadap proses tersebut.

2. METODE PELAKSANAAN

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah tulang ikan tulang ikan tenggiri, Air, HNO_3 , $CaCl_2$, HCl, Standard Cr 1000 ppm dan kertas saring whatman No. 41. Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Tanur, timbangan, spatula, cawan, labu ukur 100 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml, Bunsen, Lumpang alu, Spatulla, timbangan analitik, ICP. Pembuatan larutan (HCl 5%) Encerkan 50 mL HCl 37% ke dalam 500 mL air dalam labu takar 1000 mL, campurkan larutan kemudian tambahkan air hingga volume dan aduk hingga homogen.

Pencucian dan Pembuangan Limbah tulang ikan tenggiri yang masih dengan sisa daging dan organ dalam ikan diitimbang sebanyak 5 kg. kemudian direbus dalam air mendidih selama 1 jam hasil rebusan didinginkan kemudian pisahkan tulang ikan dari daging. Tulang ikan diambil untuk proses lebih lanjut sedangkan daging dan kotoran lainnya dibuang. Tulang ikan yang telah bersih selanjutnya dioven dengan suhu 100°C selama 1 jam untuk menghilangkan sisa air rebusan. Tahap selanjutnya adalah proses pembakaran bersuhu tinggi dalam furnace (Arsad,2010).

Tulang ikan kering ditimbang sebanyak 5 gram, kemudian diletakkan dalam cawan porselein. Tulang ikan selanjutnya dimasukkan ke dalam furnace dan disetel pada suhu 700°C selama 24 jam. Haluskan tulang ikan menggunakan lumpang dan alu, lalu aktivasi dengan $CaCl_2$ selama 15 jam. Saring dengan kertas saring Whatman No. 41, keringkan di oven pada suhu 100°C, lalu timbang massa masing-masing sebanyak 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 dan 0,5 gram.

Metode Analisis

Tahapan metode analisis dari penelitian ini dijelaskan dengan detail sebagai berikut :

- a. Uji Pemerian dilakukan dengan mengamati sampel dimana warna yang

- dihasilkan dan dicium bau dari tulang ikan.
- b. Pembuatan Pelarut (HCl 5%) dilakukan dengan pengenceran 50 mL HCl 37% ke dalam 500 mL air dalam labu takar 1000 mL, campurkan larutan kemudian tambahkan air hingga volume dan aduk hingga homogen.
 - c. Pembuatan Larutan Stok Standar Cr 1000 ppb, Pipet 100 μ L Larutan Baku Cr 1000 mg/L ke dalam labu takar 100 mL, tambahkan 50 mL pengencer, campur larutan kemudian tambahkan pengencer sampai volume dan aduk rata selama 30 detik dengan menggunakan vortex. (Stok Larutan Std Cr Conc. 1000 ppb) (Nuraini, 2017).
 - d. Pembuatan Larutan Working Standard Solution, System Suitability Solution, Bracket Standard Solution, Check Standard Solution.
 - e. Pipet 1250 μ L Larutan Baku Cr 1000 ppb ke dalam labu takar 25 mL, tambahkan 10 mL pengencer, campur larutan kemudian tambahkan pengencer hingga volume dan aduk hingga homogen (Solusi Std Bekerja Cr Conc. 50 ppb) (Nunik, 2013).
 - f. Larutan Linieritas disiapkan dengan menggunakan *Solution Stock Std Cr Conc. 1000 ppb* ke dalam labu takar 25 mL seperti yang ditentukan di bawah

ini dan aduk hingga homogen dengan vortex 30 detik (Motzer, 2005).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada pembuatan *fishbone hydroxyapatite* didapatkan hasil yang menunjukkan bahwa massa pembakaran memiliki pengaruh yang lebih besar. Hal tersebut dapat dilihat dari tampak fisik sampel dari kondisi waktu pembakaran yang dibuat berbeda menunjukkan perbedaan warna yang sangat besar untuk tiap janis waktu, yaitu perubahan warna dari hitam di suhu rendah, coklat tua, coklat muda hingga berwarna putih untuk tiap kenaikan suhu (Kristianto, 2017).

Kondisi operasi berupa waktu pembakaran yang dibuat berbeda menunjukkan hasil tampak fisik yang berbeda untuk tiap massa . Sampel dari kondisi operasi waktu pembakaran yang berbeda dianalisis dengan ICP-OES. Dari hasil analisis didapatkan *fishbone hydroxyapatite* yang sesuai acuan kristal hydroxyapatite komersial terbentuk pada kondisi operasi suhu pembakaran 700°C (Sivaraj, 2010).

Tabel 1. Deret standar Krom

| ID | Conc. Lvl (%) | Conc. Hg (ppb) | Volume of Solution Stock Std 1000 ppb (μ L) | Volume of Diluent (mL) | Prep. | Det. |
|---------------|---------------|----------------|--|------------------------|----------|----------|
| L1- Cr | 20 | 10,00 | 250,0 | 24.750 | 1 | 3 |
| L2- Cr | 50 | 25,00 | 650,0 | 24.350 | 1 | 3 |
| L3- Cr | 80 | 40,00 | 1000,0 | 24.000 | 1 | 3 |
| L4- Cr | 100 | 50,00 | 1250,0 | 23.750 | 1 | 3 |
| L5- Cr | 120 | 60,00 | 1500,0 | 23.550 | 1 | 3 |
| L6- Cr | 200 | 100,00 | 2500,0 | 22.500 | 1 | 3 |

Tabel 2. Hasil Pengujian Deret Standar Cr

| Det. | Vol. Standard Stock Sol. Cr 1000 ppb (mL) | Volume of Vol. Flask (mL) | Conc. of Cr (ppb) | Intensities of Cr | Conc. Cr Measured by Instrument (ppb) |
|---------|---|---------------------------|-------------------|-------------------|---------------------------------------|
| 1 | | | | 541,1 | 48,440 |
| 2 | | | | 540,7 | 48,399 |
| 3 | 1,250 | 25 | 49,25 | 545,3 | 48,827 |
| 4 | | | | 540,4 | 48,374 |
| 5 | | | | 550,2 | 49,267 |
| Avarage | | | | 543,54 | 48,661 |
| CV | | | | 0,8% | 0,8% |

Tabel 3. Hasil Pengujian Bracket Standard Cr

| Det. | Vol. Standard Stock Sol. Cr 1000 ppb (mL) | Volume of Vol. Flask (mL) | Conc. of Cr (ppb) | Conc. Cr Measured by Instrument (ppb) | Recovery (%) | Average of Recovery (%) |
|------|---|---------------------------|-------------------|---------------------------------------|--------------|-------------------------|
| 1 | | | | 49,369 | 101,5 | 101,5 |
| 2 | | | | 49,387 | 101,5 | |
| 3 | | | | 48,910 | 100,5 | 100,7 |
| 4 | 1,250 | 25 | 29,67 | 49,082 | 100,9 | |
| 5 | | | | 48,850 | 100,4 | |
| 6 | | | | 49,067 | 100,8 | 100,6 |

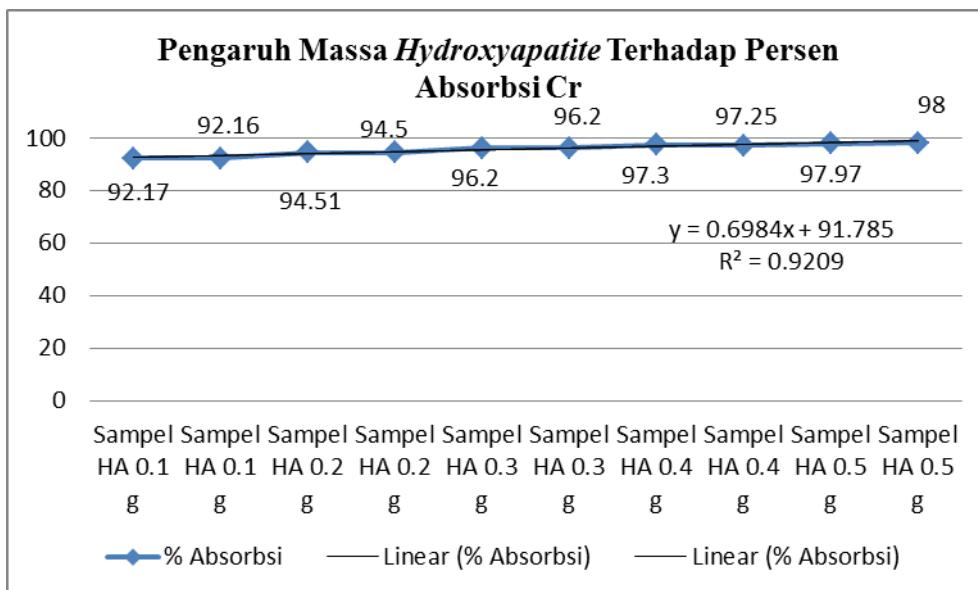
Tabel 4. Hasil Pengujian Linearity

| Theoretical Conc. (ppb) | Conc. (ppb) | Intensities Cr Measured by Instrument | Conc. Cr Measured by Instrument (ppb) |
|-------------------------|-------------|---------------------------------------|---------------------------------------|
| 10,00 | 9,85 | 121,0 | 10,071 |
| | | 123,4 | 10,288 |
| | | 125,5 | 10,484 |
| | | 288,8 | 25,396 |
| 25,00 | 24,63 | 286,6 | 25,192 |
| | | 288,4 | 25,358 |
| | | 451,9 | 40,293 |
| 40,00 | 39,40 | 452,6 | 40,361 |
| | | 449,8 | 40,100 |
| | | 555,5 | 49,757 |
| 50,00 | 49,25 | 551,8 | 49,421 |
| | | 544,0 | 48,701 |
| | | 670,8 | 60,284 |
| 60,00 | 59,10 | 672,1 | 60,402 |
| | | 671,4 | 60,336 |

| | | | |
|--------|-------|----------------------------|-------------------------------|
| 100,00 | 98,50 | 1112,9 1114,8 1109,3 | 100,660 100,836 100,337 |
|--------|-------|----------------------------|-------------------------------|

Tabel 5. Hasil Pengujian Sample duplo

| Sampel | Massa (g) | Konsentrasi Standard krom (ppb) | Conc. Cr Measured by Instrument (ppb) | Kemampuan Penyerapan (%) |
|-------------------|-----------|---------------------------------|---------------------------------------|--------------------------|
| Sampel HA 0,1 g 1 | 0,1 | | 20,03 | 92,17 |
| Sampel HA 0,1 g 2 | 0,1 | | 20,30 | 92,16 |
| Sampel HA 0,2 g 1 | 0,2 | | 26,99 | 94,51 |
| Sampel HA 0,2 g 2 | 0,2 | 1000 | 27,52 | 94,50 |
| Sampel HA 0,3 g 1 | 0,3 | | 38,01 | 96,20 |
| Sampel HA 0,3 g 2 | 0,3 | | 38,03 | 96,20 |
| Sampel HA 0,4 g 1 | 0,4 | | 54,94 | 97,30 |
| Sampel HA 0,4 g 2 | 0,4 | | 54,96 | 97,25 |
| Sampel HA 0,5 g 1 | 0,5 | | 78,25 | 97,97 |
| Sampel HA 0,5 g 2 | 0,5 | | 78,44 | 98,00 |



Tabel 6. Pengaruh Massa Hydroxyapatite terhadap Persen Adsorbsi Cr

Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Ozawa et.al. (2002), kristal fishbone hydroxyapatite terbentuk pada suhu pembakaran 600° - 1000° C, namun pada penelitian ini pembakaran di suhu 600° C belum menghasilkan kristal yang sesuai dengan acuan hydroxyapatite komersial. Ozawa et. al. Menggunakan tulang ikan dari jenis Japanesse Sea Berm dan waktu pembakaran 24 jam, sedang dalam penelitian ini digunakan ikan bandeng dengan waktu pembakaran 6 jam.

Peneliti lain, Chattanathan (2012) menggunakan tulang ikan dengan jenis Catfish dan waktu pembakaran 6 jam berhasil mensintesa *Catfish Hydroxyapatite* (CHA) pada suhu pembakaran 300° C. Dari kedua penelitian tersebut dapat disimpulkan kandungan hydroxyapatite yang berbeda dari jenis tulang ikan yang berbeda merupakan faktor yang paling memungkinkan terjadinya penunjukan hasil yang berbeda. Untuk jenis ikan tenggiri pada waktu pembakaran 24 jam, kristal fishbone hydroxyapatite terbentuk pada suhu pembakaran 700° C dapat menyerap logam Cr secara maksimal dibanding dengan waktu yang singkat.

4. KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Pada penambahan massa yang sedikit menunjukkan penyerapan dan kestabilan yang tidak maksimal.
2. Massa hydroxypatite mempengaruhi daya penyerapan logam Cr.
3. Massa Pembakaran optimal adalah 0,5g dengan nilai persen penyerapan 98,00 %.

DAFTAR PUSTAKA

Amin, A., Sitorus, S., & Yusuf, B. (2016). Pemanfaatan limbah tongkol jagung (*Zea mays L.*) sebagai arang aktif dalam menurunkan kadar amonia, nitrit dan nitrat pada limbah cair industri tahu menggunakan teknik celup. Jurnal Kimia Mulawarman, 13(2).

- Arsad, Effendi, and Saibatul Hamdi. (2010). "Teknologi Pengolahan Dan Pemanfaatan Karbon Aktif Untuk Industri." Jurnal Riset Industri Hasil Hutan 43-51.
- Balog, H., Walanda, D. K., & Hamzah, B. (2019). Pembuatan Arang dari Kulit Nangka (*Artocarpus heterophyllus*) sebagai Adsorben terhadap Kadmium dan Nikel Terlarut. Jurnal Akademika Kimia, 8(1), 28-33.
- Chattanathan, S. A. & Clement, T. P. & Kanel, S. R. & Barnett, M. O. & Chatakondi, N. (2012). Remediation of Uranium-contaminated Groundwater by Sorption onto Hydroxyapatite Derived from Catfish Bones, Water Air Soil Pollut (2013) 224:1429.
- Kristianto, H. (2017). Sintesis Karbon Aktif dengan Menggunakan Aktivasi Kimia ZnCl₂. Jurnal Integrasi Proses, 6(3).
- Nunik, P., & Okayadnya, D. G. (2013). Penyisihan logam Krom (Cr) pada air sumur dengan karbon aktif dari tempurung kemiri. Envirotek: Jurnal Ilmiah Teknik , 5(2), 33-41.
- Motzer, William E. (2005). "Chemistry, Geochemistry, and Geology of Chromium and Chromium Compounds." In Chromium (VI) Handbook, by Independent Environmental Technical Evaluation Group (IETEG), 24-84. US: CRC Press.
- Nuraini, Ria Azizah, Tri Maulana, Hadi Endrawati, and Riza Ivan. (2017). "Analisis Kandungan Logam Berat Kromium (Cr) Pada Air, Sedimen Dan Kerang Hijau (*Perna viridis*) Di Perairan Trimulyo Semarang." Jurnal Kelautan Tropis 48-55.
- Ozawa, M., Suzuki, S., 2002 "Microstructural Development of Natural Hydroxyapatite Originated from Fish-Bone Waste through Heat Treatment." J. Am. Ceram. Soc., Vol. 85, pp. 1315-1317.
- Ozawa, M, M Hattori dan K Satake, 2007, Waste Management and Application of Fishbone Hydroxyapatite for Waste Water Treatment, Proceedings of International

- Symposium on EcoTopia Science
2007, ISETSo7, pp. 957-958
- Ozawa, M dan S. Kanahara, (2005), Removal of Aqueous Lead by Fish-Bone Waste Hydroxyapatite Powder, Journal of Materials Science, Volume 40, pp. 1037 – 1038
- Pradhan, S. (2011). Production and characterization of Activated Carbon produced from a suitable Industrial sludge (Doctoral dissertation).
- Sivaraj, R., Rajendran, V., & Gunalan, G. S. (2010). Preparation and characterization of activated carbons from Parthenium biomass by physical and chemical activation techniques. E-Journal of Chemistry, 7(4), 1314-1319.
- Wang L, et al. (2006) Nanosized particles in bone and dissolution insensitivity of bonemineral. Biointerphases 1:106 –111