



Sintesis Hidroksiapatit Berbahan Tulang Ikan Layar (*Istiophorus platypterus*) menggunakan Metode Presipitasi

Uwais Al-Qarny¹, Nurlaela Rauf^{2*}

^{1,2}Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin

Email: n-rauf@fmipa.unhas.ac.id

*Corresponding Author

Abstrak

Tulang ikan layar merupakan salah satu limbah hayati laut yang berpotensi sebagai sumber hidroksiapatit untuk aplikasi biomedis. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis hidroksiapatit berbahan tulang ikan layar melalui metode presipitasi dengan pengaruh variasi massa prekursor kalsium dan konsentrasi prekursor fosfat. Tulang ikan layar dikalsinasi pada suhu 900°C selama 3 jam, kemudian direaksikan dengan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Larutan diatur pada pH 8 menggunakan NaOH, diendapkan selama 24 jam pada suhu kamar untuk menghasilkan endapan yang homogen, dicuci dengan akuades, dan disaring. Endapan kemudian dikeringkan pada suhu 100°C selama 2 jam untuk menghasilkan hidroksiapatit. Karakterisasi FTIR menunjukkan keberadaan gugus PO_4^{3-} , OH^- , dan CO_3^{2-} pada ketiga sampel. Sampel C memiliki intensitas absorpsi gugus PO_4^{3-} dan OH^- yang lebih tinggi dibandingkan kedua sampel lainnya. Semakin tinggi intensitas absorpsinya, maka semakin banyak kandungan gugus PO_4^{3-} dan OH^- . Analisis XRD menunjukkan bahwa ketiga sampel memiliki fase hidroksiapatit yang dominan. Selain fase hidroksiapatit, terdapat juga fase apatit karbonat tipe A dan fase apatit karbonat tipe B. Sampel C memiliki rerata ukuran kristal terbesar, yakni 28,94 nm.

Kata kunci: Hidroksiapatit; Ikan Layar; Presipitasi.

Abstract

Sailfish bone is one of the marine biological wastes that has potential as a source of hydroxyapatite for biomedical applications. This study aims to synthesize hydroxyapatite made from sailfish bone through precipitation method with the effect of variation in calcium precursor mass and phosphate precursor concentration. Sailfish bones were calcined at 900°C for 3 hours, then reacted with $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. The solution was adjusted to pH 8 using NaOH, precipitated for 24 hours at room temperature to produce a homogeneous precipitate, washed with aquades, and filtered. The precipitate was then dried at 100°C for 2 hours to produce hydroxyapatite. FTIR characterization showed the presence of PO_4^{3-} , OH^- , and CO_3^{2-} groups in all three samples. Sample C has higher absorption intensity of PO_4^{3-} and OH^- groups than the other two samples. The higher absorption intensity indicates more content of PO_4^{3-} and OH^- groups. XRD analysis showed that the three samples had dominant hydroxyapatite phase. In addition to the hydroxyapatite phase, there is also A-type carbonate apatite phase and B-type carbonate apatite phase. Sample C has the largest average crystal size, which is 28.94 nm.

Keywords: Hydroxyapatite; Precipitation; Sailfish.

Nomor WhatsApp Penulis: +62 821-8991-9188

1. PENDAHULUAN

Sumber daya terbarukan dari limbah hayati laut dapat menjadi solusi biomedis masa depan yang menjanjikan. Setiap tahun, sekitar 970-2700 miliar ton ikan ditangkap secara global, namun hanya 450-1000 miliar ton yang dimanfaatkan dan sisanya terbuang sia-sia [1]. Produk sampingan seperti tulang ikan dan cangkang makanan laut seringkali dianggap limbah dan dibuang ke tempat pembuangan akhir tanpa dimanfaatkan secara maksimal [2]. Industri pengolahan hasil laut bahkan menghasilkan sekitar 60% dari total berat tangkapan sebagai limbah, termasuk sisik, tulang, dan berbagai bagian lainnya [3]. Salah satu jenis ikan yang berkontribusi terhadap limbah tersebut adalah ikan layar. Ikan layar merupakan salah satu predator utama di ekosistem epipelagis yang tersebar luas di daerah tropis dan beriklim sedang di seluruh dunia. Berdasarkan data Kementerian Kelautan dan Perikanan Indonesia (2010), ikan ini memiliki jumlah melimpah dengan produksi sekitar 13.408 ton dari tahun 2004-2008 dan rata-rata peningkatan sebesar 19,07% [4,5]. Saat ini hanya ada satu spesies ikan layar yang diakui, yaitu *Istiophorus platypterus* [6].

Pengelolaan limbah hayati laut ini menjadi tantangan global yang signifikan. Penanganan yang keliru dapat berakibat serius bagi lingkungan, termasuk penyebaran patogen, emisi bau berbahaya, dan pelepasan polutan [2,7]. Oleh karena itu, penelitian intensif dilakukan untuk memahami dan mengelola limbah hayati laut dengan bijak, dengan tujuan mengurangi limbah yang dihasilkannya. Selama beberapa tahun terakhir, limbah hayati laut dari industri makanan seperti tulang ikan, sisik ikan, cangkang kerang, dan lainnya telah menjadi bahan utama dalam produksi hidroksiapatit (HAp). Proses konversi limbah hayati laut menjadi HAp tidak hanya merupakan solusi untuk mengelola limbah, tetapi juga menjadi alternatif ekonomis untuk produksi HAp [2]. HAp dengan rumus $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, merupakan komponen mineral anorganik yang secara biologis, komposisi kimia, maupun sifat fisiknya memiliki kemiripan dengan tulang dan gigi manusia [8,9,10]. Karena kesamaannya dengan struktur biologis manusia, HAp banyak dimanfaatkan di bidang ortopedi, kedokteran gigi, bahkan industri farmasi [10,11,12]. HAp merupakan biokeramik kalsium apatit yang biokompatibel, osteokonduktif, dan bioaktif dengan kemampuan membentuk langsung ikatan dengan jaringan hidup [13,14]. HAp dapat diperoleh dengan menggunakan berbagai metode, seperti *sol-gel*, pengendapan/presipitasi, poliol, hidrotermal, sonokimia dan mikroemulsi, metode *solid-state*, atau pembakaran dan dekomposisi termal. Metode yang berbeda digunakan menghasilkan karakteristik berbeda dari HAp yang dihasilkan [15,16].

Metode presipitasi merupakan salah satu teknik penelitian yang paling luas digunakan untuk mensintesis HAp. Metode ini banyak digunakan karena sejumlah besar HAp dapat disintesis dengan biaya yang terjangkau, mudah digunakan, reaksinya sederhana, hasil samping berupa air yang tidak berbahaya, dan lainnya [17,18]. Metode presipitasi membutuhkan beberapa parameter pemrosesan penting untuk mensintesis HAp. Pertama, prekursor kimia yang digunakan harus diatur sesuai dengan rasio konsentrasinya. Rasio konsentrasi yang tidak seimbang pada prekursor kimia dapat mengakibatkan terbentuknya

senyawa lain. Kedua, pH merupakan faktor penting yang memengaruhi produksi HAp, yang mana jumlah Ca dalam endapan HAp menurun seiring dengan menurunnya pH [17]. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Haris dkk (2016), sintesis HAp dilakukan dengan pengaruh variasi konsentrasi prekursor fosfat. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi prekursor fosfat berbanding terbalik dengan tingkat kecuraman pada gugus OH⁻ (hidroksil) dan CO₃²⁻ (karbonat) [19]. Dalam penelitian ini, digunakan limbah tulang ikan layar (*Istiophorus platypterus*) menggunakan metode presipitasi dengan pengaruh variasi massa prekursor kalsium (volume pelarut sama) dan konsentrasi prekursor fosfat untuk menghasilkan HAp.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sikat, pinset, oven, kain, palu, blender, ayakan 200 *mesh*, *furnace*, timbangan digital, gelas kimia, pengaduk magnetik, *magnetic bar*, kertas pH, *aluminium foil*, gelas ukur, corong, kertas Whatman nomor 42, dan cawan petri. Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tulang ikan layar, aseton, akuades, diamonium hidrogen fosfat ((NH₄)₂HPO₄), dan natrium hidroksida (NaOH).

2.2 Sintesis Prekursor Kalsium

Tulang ikan layar dikumpulkan, kemudian dicuci untuk menghilangkan sisa daging pada tulang ikan dan mengurangi bau amisnya. Setelah dicuci, tulang ikan dijemur selama 4-5 jam untuk mengurangi kadar airnya. Selanjutnya, tulang ikan direndam dalam 3 liter aseton (jumlahnya disesuaikan hingga seluruh tulang ikan terkena aseton) selama dua hari dalam wadah tertutup. Kemudian, tulang ikan dibilas dengan 10 liter akuades sambil membersihkan sisa daging dengan pinset dan sikat. Tulang ikan yang telah bersih, dimasukkan ke dalam oven bersuhu 100°C selama 3-4 jam untuk mengeringkannya. Setelah kering, tulang ikan dihancurkan dengan palu dan kain sebagai alasnya, lalu diblender dan disaring ayakan 200 *mesh* hingga halus. Terakhir, tulang ikan dikalsinasi menggunakan *furnace* dengan suhu 900°C selama 3 jam untuk menghasilkan prekursor kalsium.

2.3 Sintesis HAp

Sintesis HAp dimulai dengan menyiapkan larutan 1 (prekursor kalsium) dan larutan 2 ((NH₄)₂HPO₄), serta larutan 3 (NaOH 1 M) sebagai pengatur pH. Sampel A dibuat dengan menyiapkan prekursor kalsium sebanyak 5 gr dan (NH₄)₂HPO₄ sebanyak 11,9 gr, sampel B dibuat dengan menyiapkan prekursor kalsium sebanyak 5,6 gr dan (NH₄)₂HPO₄ sebanyak 7,9 gr, sampel C dibuat dengan menyiapkan prekursor kalsium sebanyak 6,2 gr dan (NH₄)₂HPO₄ sebanyak 7,3 gr. Larutan 1 dibuat dengan melarutkan prekursor kalsium dan 100 ml akuades dalam gelas kimia menggunakan pengaduk magnetik berkecepatan 300 rpm dengan suhu 50°C selama 15 menit. Larutan 2 dibuat dengan melarutkan (NH₄)₂HPO₄ dan 100 ml akuades dalam gelas kimia menggunakan pengaduk magnetik berkecepatan 300 rpm dengan suhu 50°C selama 10 menit. Sementara itu, larutan 3 dibuat dengan melarutkan 4 gr NaOH dan 100 ml akuades dalam gelas kimia menggunakan pengaduk magnetik berkecepatan 300 rpm

dengan suhu 50°C selama 10 menit. Selanjutnya, larutan 2 diteteskan ke dalam larutan 1 sebanyak 5 ml/menit sambil terus dilarutkan menggunakan pengaduk magnetik berkecepatan 300 rpm dengan suhu 30°C, hingga larutan 2 habis terlarut. Lakukan pengecekan pH, jika pH-nya belum mencapai 8, tambahkan larutan 3 sebanyak 5 ml/menit hingga pH yang diinginkan tercapai. Pengadukan dilanjutkan selama 1 jam dengan kecepatan 300 rpm dan suhu 90°C. Diamkan larutan dalam wadah terisolasi (menutupnya dengan *aluminium foil*) selama 24 jam pada suhu kamar agar endapan yang homogen terbentuk. Larutan tersebut kemudian disaring, lalu dicuci dengan akuades dan disaring lagi. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam untuk menghasilkan HAp.

2.4 Karakterisasi

Senyawa golongan apatit seperti HAp, secara kualitatif kandungannya dapat diprediksi menggunakan data *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR). Berdasarkan data FTIR, dapat diketahui gugus fungsi yang terdapat pada suatu HAp [20]. *X-Ray Diffraction* (XRD) dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dengan fasa tertentu. Penentuan tersebut mengacu pada puncak-puncak utama pola difraktogram melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer yang dirumuskan dalam persamaan:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Nilai β dapat diperoleh dari persamaan:

$$\beta = \frac{1}{2}(2\theta_{maks} - 2\theta_{min}) \quad (2)$$

Keterangan:

D = ukuran kristal (nm),

K = konstanta Scherrer,

λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm),

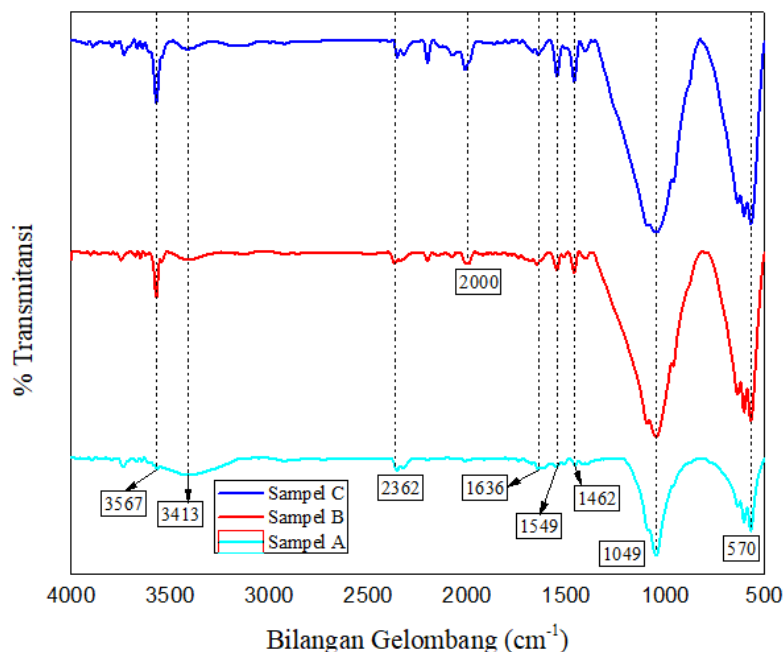
β = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) (rad), dan

θ = sudut difraksi (derajat) [20,21].

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil FTIR

Gugus penyusun senyawa HAp terdiri atas gugus PO_4^{3-} , gugus OH^- , dan gugus CO_3^{2-} [20]. Dalam mengidentifikasi ketiga gugus fungsi tersebut, digunakan beberapa sumber referensi berbeda. Adapun analisis spektrum FTIR dilakukan pada bilangan gelombang 500-4000 cm^{-1} , karena gugus fungsi HAp umumnya ditemukan pada bilangan gelombang tersebut. Berikut hasil analisis spektrum FTIR dan puncak-puncak serapannya.



Gambar 1. Spektrum FTIR hasil karakterisasi HAp.

Gugus PO_4^{3-} memiliki 4 mode vibrasi, yaitu vibrasi simetri *stretching*, simetri *bending*, asimetri *stretching*, dan asimetri *bending*. Gugus ini biasanya muncul pada bilangan gelombang 1000-1100 cm^{-1} (asimetri *stretching*), 955-965 cm^{-1} (simetri *stretching*), 560-620 cm^{-1} (asimetri *bending*), 460 cm^{-1} (simetri *bending*) [20,22,23]. Gugus OH^- muncul pada bilangan gelombang 630-640 cm^{-1} dan 3400-3600 cm^{-1} [22,23,24]. Adapun gugus fungsi CO_3^{2-} muncul pada bilangan gelombang 870-880 cm^{-1} dan 1400-1550 cm^{-1} [25,26,27,28]. Berdasarkan informasi dari beberapa sumber referensi tersebut, dapat diketahui bahwa grafik diatas menunjukkan adanya gugus PO_4^{3-} , gugus OH^- , dan gugus CO_3^{2-} . Adanya gugus PO_4^{3-} dan gugus OH^- mengindikasikan bahwa fase HAp telah terbentuk dengan cukup baik [24].

Gugus PO_4^{3-} teridentifikasi pada bilangan gelombang 570 cm^{-1} dan 1049 cm^{-1} . Bilangan gelombang 570 cm^{-1} berada pada rentang bilangan gelombang 560-620 cm^{-1} yang mana termasuk PO_4^{3-} (asimetri *bending*). Sementara itu, bilangan gelombang 1049 cm^{-1} berada pada rentang bilangan gelombang 1000-1100 cm^{-1} yang mana termasuk PO_4^{3-} (asimetri *stretching*). Gugus OH^- teridentifikasi pada bilangan gelombang 3413 cm^{-1} dan 3567 cm^{-1} yang berada pada rentang 3400-3600 cm^{-1} . Puncak serapan yang luas pada bilangan gelombang 3413 cm^{-1} menunjukkan adanya molekul air (H_2O) yang teradsorpsi pada HAp [26,27,28]. Gugus PO_4^{3-} dan gugus OH^- yang tajam mengindikasikan intensitas absorpsi yang lebih tinggi. Semakin tinggi intensitas absorpsi, semakin banyak kandungan gugus PO_4^{3-} dan gugus OH^- [20]. Grafik tersebut juga menunjukkan adanya gugus lain yang seharusnya tidak ada pada HAp yang diinginkan. Gugus fungsi tersebut adalah gugus CO_3^{2-} yang teridentifikasi pada bilangan gelombang 1462 cm^{-1} dan 1549 cm^{-1} yang berada pada rentang 1400-1550 cm^{-1} , serta gugus CO_2 yang teridentifikasi pada bilangan gelombang 2362

cm^{-1} dan berada rentang 2340-2370 cm^{-1} [24,25]. Bilangan gelombang 1462 cm^{-1} merupakan gugus CO_3^{2-} tipe B karena berada pada rentang 1400-1500 cm^{-1} . Sedangkan, bilangan gelombang 1549 cm^{-1} merupakan gugus CO_3^{2-} tipe A karena berada pada rentang 1500-1550 cm^{-1} [26,29]. Gugus CO_3^{2-} berasal dari reaksi HAp dengan CO_2 selama sintesis dan perlakuan panas. Gugus CO_3^{2-} juga terdapat pada tulang manusia yang merupakan substansi dari gugus PO_4^{3-} . Walaupun gugus ini memiliki intensitas absorbansi yang cukup kecil dan perlu dihilangkan, namun keberadaan gugus ini tidak dapat dihindari karena sintesis HAp dilakukan dalam ruangan dengan udara terbuka [24].

Grafik tersebut juga menunjukkan tingkat kecuraman spektrum gugus PO_4^{3-} , gugus OH^- , dan gugus CO_3^{2-} yang berbeda pada ketiga sampel. Berdasarkan grafik tersebut, sampel C memiliki tingkat kecuraman spektrum gugus tertinggi diikuti sampel B dan sampel A. Hal ini diduga kuat karena adanya pengaruh rasio konsentrasi prekursor yang berbeda pada ketiga sampel. Semakin kecil konsentrasi prekursor fosfat yang digunakan, maka semakin tajam pula tingkat kecuraman ketiga gugus tersebut [19]. Sebaliknya, semakin besar massa prekursor kalsium yang digunakan (volume pelarut sama), maka semakin tajam tingkat kecuraman ketiga gugus fungsi tersebut. Selain gugus-gugus tersebut, ditemukan pula gugus fungsi H_2O dan *overtone and combination band*. Gugus H_2O teridentifikasi pada bilangan gelombang 1636 cm^{-1} yang berada pada rentang 1620-1660 cm^{-1} [26,27,28]. Adapun *overtone and combination band* teridentifikasi pada bilangan gelombang 2000 cm^{-1} yang berada pada rentang 1990-2000 cm^{-1} [25,26].

Tabel 1. Hasil bilangan gelombang dari spektrum FTIR.

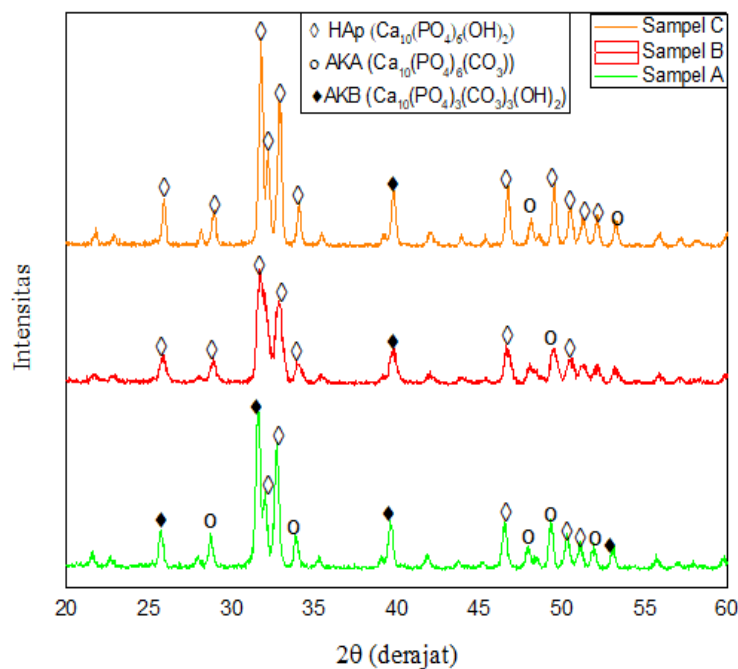
Bilangan Gelombang (cm^{-1})			
Sampel A	Sampel B	Sampel C	Gugus Fungsi
570	570	570	PO_4^{3-} (asimetri <i>bending</i>)
1049	1049	1049	PO_4^{3-} (asimetri <i>stretching</i>)
1462	1462	1462	CO_3^{2-} tipe B
1549	1549	1549	CO_3^{2-} tipe A
1636	1636	1636	H_2O
-	2000	2000	<i>Overtone and combination band</i>
2362	2362	2362	CO_2
3413	3413	3413	OH^-
3567	3567	3567	OH^-

4.2 Hasil XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan secara kualitatif dengan membandingkan puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram HAp hasil sintesis dengan puncak-puncak pada difraktogram HAp standar dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*), sehingga memungkinkan identifikasi semua senyawa kalsium fosfat pada sampel [30,31]. Sebelum melakukan analisis dengan acuan JCPDS, grafik hasil uji XRD sampel A, B, dan C dianalisis terlebih dahulu menggunakan *software* Profex 5.2.9. Berdasarkan hasil

analisis tersebut, didapatkan 3 jenis fase pada tiap sampel, yakni fase HAp, fase apatit karbonat tipe A (AKA), dan fase apatit karbonat tipe B (AKB).

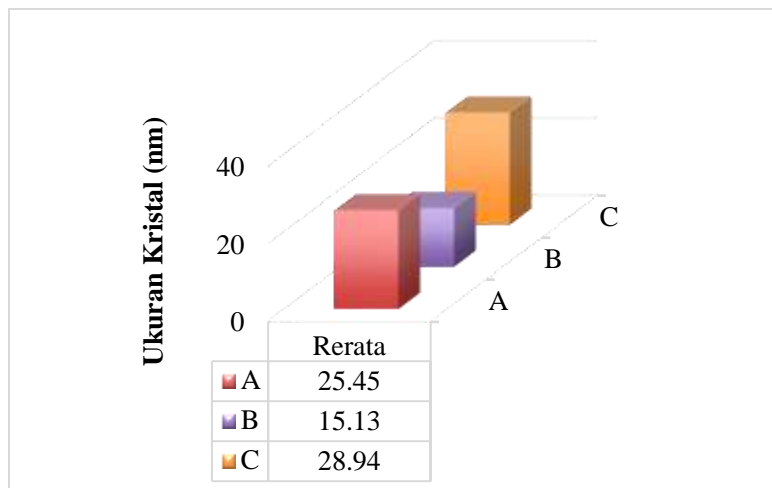
Gambar 2. dibawah menunjukkan bahwa masing-masing sampel memiliki fase HAp yang lebih dominan dibandingkan fase lainnya. Sampel A menunjukkan adanya 3 fase berbeda dengan kuantitas yang hampir sama, tapi fase HAp masih sedikit lebih dominan dibandingkan fase AKA dan AKB. Pada sampel A, puncak pola difraksi yang tajam dengan intensitas tinggi terdapat pada sudut $2\theta=31,56^\circ$ yang teridentifikasi sebagai fase AKB, serta $2\theta=31,96^\circ$ dan $32,69^\circ$ yang teridentifikasi sebagai fase HAp. Sampel B menunjukkan adanya 3 fase berbeda, tapi fase HAp lebih dominan dibandingkan fase AKA dan AKB. Pada sampel B, puncak pola difraksi dengan intensitas tinggi terdapat pada sudut $2\theta=31,80^\circ$; $32,81^\circ$; dan $46,65^\circ$ yang teridentifikasi sebagai fase HAp. Sampel C menunjukkan adanya 3 fase berbeda, tapi fase HAp lebih dominan dibandingkan fase AKA dan AKB. Pada sampel C, puncak pola difraksi dengan intensitas tinggi terdapat pada sudut $2\theta=31,74^\circ$; $32,14^\circ$; dan $32,87^\circ$ yang teridentifikasi sebagai fase HAp.



Gambar 2. Perbandingan fase kristalin sampel A, B, dan C.

Munculnya senyawa lain, seperti AKA dan AKB disebabkan oleh adanya CO_3^{2-} yang masuk ke dalam kisi kristal, sehingga memengaruhi nilai rasio Ca/P dari HAp dan juga bidang kristalnya [19,32]. CO_3^{2-} yang masuk ke dalam kisi kristal HAp terbagi menjadi dua, yakni CO_3^{2-} tipe A yang menggantikan posisi OH^- (membentuk AKA) dan CO_3^{2-} tipe B menggantikan yang posisi PO_4^{3-} (membentuk AKB) [19,22]. Biasanya, faktor utama dari masuknya ion karbonat ke dalam kisi kristal disebabkan karena reaksi pencampuran prekursor dilakukan di udara terbuka. Selain itu, grafik hasil uji XRD juga menunjukkan

puncak-puncak yang masih lebar. Hal ini dimungkinkan karena ukuran kristalit yang kecil, sehingga terjadi pelebaran puncak yang cukup besar dan tampak seperti amorf [19].



Gambar 3. Rerata ukuran kristal sampel A, B, dan C.

Gambar 3. diatas menunjukkan bahwa ketiga sampel memiliki ukuran kristal yang berbeda. Sampel A memiliki rerata ukuran kristal sebesar 25,45 nm, sampel B memiliki rerata ukuran kristal sebesar 15,13 nm, dan sampel C memiliki rerata ukuran kristal sebesar 28,94 nm. Ukuran kristal yang diperoleh berbanding terbalik dengan nilai FWHM. Sampel yang memiliki FWHM yang rendah akan menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar [32]. Menurut Réka et al. (2013), ukuran kristal meningkat seiring dengan meningkatnya massa prekursor kalsium dan konsentrasi prekursor fosfat yang mengindikasikan adanya pengaruh pada proses kristalisasi sampel. Keadaan ini dapat dikaitkan dengan fakta bahwa peningkatan konsentrasi prekursor menghasilkan tingkat supersaturasi yang tinggi, yang mana menyebabkan nukleasi dan pertumbuhan yang berlangsung sangat cepat [33]. Sampel B memiliki massa prekursor kalsium yang lebih kecil dibandingkan sampel C. Selain itu, sampel B juga memiliki konsentrasi prekursor fosfat yang lebih kecil dibandingkan sampel A. Hal ini menyebabkan sampel B memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan kedua sampel lainnya.

4. SIMPULAN

Kesimpulan penelitian ini adalah ketiga sampel menunjukkan keberadaan gugus fungsi PO_4^{3-} , OH^- , dan CO_3^{2-} . Sampel C memiliki intensitas absorpsi yang lebih tajam dibandingkan kedua sampel lainnya. Intensitas absorpsi yang tinggi mengindikasikan banyaknya kandungan gugus PO_4^{3-} dan gugus OH^- . Massa prekursor kalsium yang digunakan (volume pelarut sama) berbanding lurus dengan tingkat kecuraman gugus fungsi dan berbanding terbalik dengan peningkatan konsentrasi prekursor fosfat. Ketiga sampel juga menunjukkan adanya fase HAp (dominan), AKA, dan AKB. Sampel dengan rasio 2 memiliki rerata ukuran kristal terbesar, yakni 28,94 nm. Semakin besar massa prekursor kalsium

(volume pelarut sama) dan konsentrasi prekursor fosfat yang digunakan, maka semakin besar pula ukuran kristal yang dihasilkan.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini terwujud berkat dukungan berbagai pihak yang tak ternilai. Apresiasi bantuan mendalam disampaikan kepada orang tua penulis atas kontribusi finansial yang diberikan. Kontribusi berharga Prof. Nurlaela Rauf, M.Sc. selaku pembimbing, mengingat arahan beliau yang membantu kelancaran selama penelitian. Penulis juga menghaturkan ucapan terima kasih kepada rekan-rekan seperjuangan yang telah memberikan dukungan selama proses penelitian berlangsung.

6. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Surya, P., Nithin, A., Sundaramanickam, A., and Sathish, M. (2021). Synthesis and Characterization of Nano-hydroxyapatite from *Sardinella longiceps* Fish Bone and its Effects on Human Osteoblast Bone Cells. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 119, ISSN: 1751-6161. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2021.104501.
- [2] Bee, S.L., and Hamid, Z.A.A. (2020). Hydroxyapatite Derived from Food Industry Bio-wastes: Syntheses, Properties and its Potensial Multifunctional Applications. *Ceramics International*, 46 (11), ISSN: 0272-8842. DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.04.103.
- [3] Trung, T.S., et al. (2022). Valorization of Fish and Shrimp Wastes to Nano-hydroxyapatite/Chitosan Biocomposite for Wastewater Treatment. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 7 (4), ISSN: 2468-2179. DOI: 10.1007/s12649-021-01557-0.
- [4] Akmal, Y., Rahman, M., Muliari, M., and Batubara, A.S. (2022). Osteocranium of the Sailfish (*Istiophorus platypterus*, Shaw & Nodder, 1792) from Malacca Strait. *Jurnal Perikanan Universitas Gadjah Mada*, 24 (2), ISSN: 2502-5066. DOI: 10.22146/jfs.73573.
- [5] Hamzah, M.S.D., et al. (2023). Diet Composition of Indo-Pacific Sailfish (*Istiophorus platypterus*) By-Catch in the East Coast of Peninsular Malaysia. *Journal of Fisheries and Environment*, 47 (3), ISSN: 2630-0702. DOI: 10.1016/S0165-7836(01)00344-7.
- [6] Ferrette, B.L.S., et al. (2021). Global Phylogeography of Sailfish: Deep Evolutionary Lineages with Implications for Fisheries Management. *Hydrobiologia*, 848 (17), ISSN: 0018-8158. DOI: 10.1016/B978-0-08-055294-1.00178-1.
- [7] Athinarayanan, J., Periasamy, V.S., and Alshatwi, A.A. (2020). Simultaneous Fabrications of Carbon Nanodots and Hydroxyapatite Nanoparticles from Fish Scale for Biomedical Applications. *Materials Science and Engineering C*, 117, ISSN: 0928-4931. DOI: 10.1016/j.msec.2020.111313.
- [8] Aizawa, M. (2020). Development of Bioceramics with Life Functions by Harnessing Crystallographic Anisotropy and their Biological Evaluations. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 128 (12), ISSN: 1348-6535. DOI: 10.2109/jcersj2.20161.

- [9] Hussin, M.S.F., Abdullah, H.Z., Idris, M.I., and Wahap, M.A.A. (2022). Extraction of Natural Hydroxyapatite for Biomedical Application—A Review. *Heliyon*, 8 (8), ISSN: 2405-8440. DOI: 10.1016/j.heliyon.2022.e10356.
- [10] DileepKumar, V.G., et al. (2021). A Review on the Synthesis and Properties of Hydroxyapatite for Biomedical Applications. *Journal of Biomaterial Science, Polymer Editon*, 33 (2), ISSN: 1568-5624. DOI: 10.1080/09205063.2021.1980985.
- [11] Ibrahim, M., Labaki, M., Giraudon, J.M., and Lamonier, J.F. (2020). Hydroxyapatite, a Multifunctional Material for Air, Water, and Soil Pollution Control: A Review. *Journal of Hazardous Materials*, 383, ISSN: 0304-3894. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2019.121139.
- [12] Nikfallah, A., Mohammadi, A., Ahmadakhondi, M., and Ansari, M. (2023). Synthesis and Physicochemical Characterization of Mesoporous Hydroxyapatite and Its Application in Toothpaste Formulation. *Heliyon*, 9 (10), ISSN: 2405-8440. DOI: 10.1016/j.heliyon.2023.e20924.
- [13] Anggresani, L., Perawati, S., Afandi, R., and Rahmadevi. (2022). Jelly Candy Hydroxyapatite from Mackerel Fish Bone. *Pharmacy and Pharmaceutical Sciences Journal*, 9 (3), ISSN: 2580-8303. DOI: 10.20473/jfiki.v9i32022.279-289.
- [14] Ochoa, S.L., Lara, W.O., and Beltrán, C.E.G. (2021). Hydroxyapatite Nanoparticles in Drug Delivery: Physicochemistry and Applications. *Pharmaceutics*, 13 (10), ISSN: 1999-4923. DOI: 10.3390/pharmaceutics13101642.
- [15] Filip, D.G., Surdu, V.A., Paduraru, A.V., and Andronescu, E. (2022). Current Development in Biomaterials—Hydroxyapatite and Bioglass for Applications in Biomedical Field: A Review. *Journal of Functional Biomaterials*, 13 (4), ISSN: 2079-4983. DOI: 10.3390/jfb13040248.
- [16] Taji, L.S., Wiyono, D.E., Karisma, A.D., Surono, A., and Ningrum, E.O. (2022). Hydroxyapatite Based Material: Natural Resources, Synthesis Methods, 3D Print Filament Fabrication, and Filament Filler. *The Journal of Engineering*, 8 (1), ISSN: 2807-5064. DOI: 10.12962/j23378557.v8i1.a12830.
- [17] Pu'ad, N.A.S.M., Haq, R.H.A., Abdullah, H.Z., Noh, H.M., Idris, M.I., and Lee, T.C. (2020). Synthesis Method of Hydroxyapatite: A Review. *Materials Today: Proceedings*, 29 (1), ISSN: 2214-7853. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.05.536.
- [18] Charlena, Suparto, I.H., and Laia, D.P.O. (2023). Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from Polymesoda placans Shell using Wet Precipitation Method. *Jurnal Bios Logos*, 13 (1), ISSN: 2656-3282. DOI: 10.35799/jlb.v13i1.47454.
- [19] Haris, A., Fadli, A., dan Yenti, S.R. (2016). Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi menggunakan Metode Presipitasi dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi H₃PO₄. *JOM Fteknik*, 3 (2), ISSN: 2355-6870. <https://jom.unri.ac.id/index.php/JOMFTEKNIK/article/view/11510>.
- [20] Rahayu, S., Kurniawidi, D.W., dan Gani, A. (2018). Pemanfaatan Limbah Cangkang Kerang Mutiara (*Pinctada maxima*) sebagai Sumber Hidroksiapatit. *Jurnal Pendidikan Fisika dan Teknologi*, 4 (2), ISSN: 2407-6902. DOI: 10.29303/jpft.v4i2.839.
- [21] Fatimah, S., Ragadhita, R., Al Husaeni, D.F., and Nandiyanto, A.B.D. (2022). How to Calculate Crystallite Size from X-Ray Diffraction (XRD) using Scherrer

- Method. *Asean Journal of Science and Engineering*, 2 (1), ISSN: 2776-5938. DOI: 10.17509/ajse.v2i1.37647.
- [22] Muarif, M.F., Yusuf, Y., and Agipa, A.I. (2024). FTIR, XRD, and SEM-EDX Characterization of Synthesized B-Type Carbonated Hydroxyapatite (CHAp) Based on Crab Shells. *Journal of Energy, Material, and Instrumentation Technology*, 5 (1), ISSN: 2747-2043. DOI: 10.23960/jemit.v5i1.241.
- [23] Anggraini, R.M., Restianingsih, T., Deswardani, F., Fendriani, Y., and Purba, R.A.P. (2023). Characterization of Hydroxyapatite from *Channa striata* and *Scomberomorus commerson* Fish Bone by Heat Treatment. *JoP*, 9 (1), ISSN: 2502-2016. DOI: 10.22437/jop.v9i1.28727.
- [24] Sirait, M., Sinulingga, K., Siregar, N., and Siregar, R.S.D. (2020). Synthesis of Hydroxyapatite from Limestone by using Precipitation Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 1462 (1), ISSN: 1742-6596. DOI: 10.1088/1742-6596/1462/1/012058.
- [25] Kumar, K.C.V., et al. (2021). Spectral Characterization of Hydroxyapatite Extracted from Black Sumatra and Fighting Cock Bone Samples: A Comparative Analysis. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 28, ISSN: 1319-562x. DOI: 10.1016/j.sjbs.2020.11.020.
- [26] Szterner, P., and Biernat, M. (2022). The Synthesis of Hydroxyapatite by Hydrothermal Process with Calcium Lactate Pentahydrate: The Effect of Reagent Concentrations, pH, Temperature, and Pressure. *Bioinorganic Chemistry and Applications*, 2022 (1), ISSN: 1687-479x. DOI: 10.1155/2022/3481677.
- [27] Castro, M.A.M., et al. (2022). Synthesis of Hydroxyapatite by Hydrothermal and Microwave Irradiation Methods from Biogenic Calcium source varying pH and Synthesis Time. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 61 (1), ISSN: 0366-3175. DOI: 10.1016/j.bsecv.2020.06.003.
- [28] Prekajski, M., et al. (2016). Ouzo Effect—New simple Nanoemulsion method for Synthesis of Strontium Hydroxyapatite Nanospheres. *Journal of the European Ceramic Society*, 36 (5), ISSN: 0955-2219. DOI: 10.1016/j.jeuceram.2015.11.045.
- [29] Hadiwinata, B., dkk. (2023). Pengaruh Suhu Sintering pada Sintesis Hidroksiapatit dari Tepung CaO Cangkang Rajungan (*Portunus sp.*). *Marinade*, 6 (2), ISSN: 2654-4415. <http://ojs.umrah.ac.id/index.php/marinade>.
- [30] Rey, C., Combes, C., Drouet, C., and Grossin, D. (2011). *Bioactive Ceramics: Physical Chemistry*. In: Ducheyne, P., Healy, K., Huttmacher, D., Grainger, D.E., and Kickpatrick, J. (ed.). *Comprehensive Biomaterials*, pp. 187-221. Elsevier. DOI: 10.1016/B978-0-08-055294-1.00178-1.
- [31] Rahmaniah. (2019). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa*) sebagai bahan baku Semen Tambal Gigi. *Jurnal Teknosains*, 13 (1), ISSN: 2657-036x. DOI: 10.24252/teknosains.v13i1.7832.
- [32] Wardani, N.S., Fadli, A., dan Irdoni. (2015). Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi. *JOM Fteknik*. 2 (1), ISSN: 2355-6870. <https://jom.unri.ac.id/index.php/JOMFTEKNIK/article/view/6297>.

- [33] Barabás, R., Czikó, M., Dékány, I., Bizo, L., and Bogya, E.S. (2013). Comparative Study of Particle Size Analysis of Hydroxyapatite-Based Nanomaterials. *Chemical Papers*, 67 (11), ISSN: 1336-9075. DOI: 10.2478/s11696-013-0409-6.