

Karakteristik Hidroksiapatit (HA) Dari Limbah Tulang Sapi dengan Metode Mekanik-Termal

Characteristics of Hydroxyapatite (HA) by Mechanical-Thermal Method of bovine bone

Ikhsan¹⁾, Gunawarman²⁾ & Yuli Yetri³⁾

¹⁾Mahasiswa Teknik Mesin S2 Universitas Andalas Kampus Limau Manis Padang,
Email: ikhsan_pnp@yahoo.com

²⁾Jurusan Teknik Mesin Universitas Andalas Kampus Limau Manis Padang,
Email : gunawarman.ft@unand.ac.id

³⁾Jurusan Teknik Mesin Politeknik Negeri Padang Kampus Limau Manis Padang
Telp. 0751-72590 Fax. 0751-72576 Email: yuliyetriyeti@gmail.com

Abstract

The availability of bovine bone waste is very abundant and has not been utilized optimally as raw material for the manufacture of Hydroxyapatite (HA). HA is widely used in the field of orthopedics and dentistry, because it is biocompatible and bioactive, bovine bone wastes are synthesized by thermal-mechanical methods to obtain HA. The first stage of bovine bone preparation is done to obtain HA from bovine bone waste by mechanical collision to obtain bone meal smooth. The second stage of calcination at a temperature of 800°C. The results of microstructural observation with SEM obtained granules obtained almost evenly smoothness with average size 42.25 μm in span (irregular spherical (30.29-136.4 μm) and chemical composition with XRF obtained by Ca / P ratio of 1.61, close to the optimal value of HA of 1.67.

Keywords: bovine bone waste, mechanical-thermal, Ca/P ratio

PENDAHULUAN

Kebutuhan akan tulang buatan untuk mengganti atau memperbaiki jaringan tulang yang rusak pada pasien sangat tinggi. Kebutuhan tulang buatan tersebut tidak hanya digunakan sebagai tulang penyangga paha, lutut, dan gigi, tetapi juga untuk menggantikan tulang dada, mata dan telinga [1]. Jumlah operasi penyambungan tulang diseluruh dunia dari tahun 2009-2010 hampir 2.9 juta, yang terdiri dari 1.4 juta penyambungan tulang paha dan 1.1 juta tulang lutut serta 95 ribu penggantian tulang lengan, dan angka ini cenderung terus meningkat dari tahun ke tahun [2]. Kerusakan yang terjadi pada jaringan keras (tulang) tubuh manusia bisa disebabkan karena berbagai faktor, baik itu karena kerapuhan, kanker tulang, kecelakaan, bencana alam ataupun cacat bawaan lahir. Ada 3 (tiga) cara untuk mengembalikan fungsi tulang tersebut,

diantaranya adalah *autograft*, *allograft* dan *xenograft* [3].

Namun dalam pengaplikasian masing-masing dari upaya di atas masih terdapat berbagai keterbatasan yang menyebabkan terhambatnya proses pengobatan. Seperti pada *autograft* (jaringan dari tubuh pasien), adanya keterbatasan jaringan tulang yang dapat digunakan karena pengambilan jaringan dalam jumlah yang besar dari suatu jaringan sehat berpotensi merusak jaringan yang sehat tersebut. Sedangkan pada upaya *allograft* (jaringan pendonor dari spesies yang sama) berpotensi mengakibatkan terjadinya transfer penyakit dari si pendonor, jumlah yang tersedia dan sulitnya mendapatkan anatomi serta sifat fisik tulang yang sama dengan pasien, menyebabkan tingginya biaya pengobatan. Upaya ke tiga yaitu *xenograft* (jaringan dari spesies lain), memiliki kendala pada masalah kompatibilitas [3].

Untuk itu diperlukan upaya membuat tulang tiruan yang lebih ekonomis dan kompatibel dengan tulang manusia. Salah satu bahan yang sedang dikembangkan sebagai biomaterial sintesis adalah biokeramik. Kelebihan biokeramik adalah memiliki sifat biokompatibilitas yang baik dengan sel-sel tubuh dibandingkan dengan biomaterial polimer atau logam, bersifat tidak beracun dan paling banyak digunakan untuk mengganti fungsi jaringan atau organ tubuh manusia [4].

Biokeramik yang sering digunakan dalam bidang biomedis adalah HA $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$ [5]. HA banyak digunakan pada bidang ortopedi dan kedokteran gigi [6].

Pada penelitian ini sintesis hidroksiapatit memanfaatkan limbah tulang sapi (*biowaste*) yang berasal dari rumah makan yang menyediakan sup tulang sapi, sebagai upaya pemanfaatan limbah tulang sapi yang sangat melimpah [14], [15] dan [16] dengan harga yang sangat ekonomis bahkan gratis serta ramah lingkungan jika dibandingkan menggunakan HA komersial yang sangat mahal.

Tujuan Penelitian ini adalah:

- 1) Memperoleh serbuk HA yang halus berukuran mikron
- 2) Mendapatkan serbuk HA dari limbah tulang sapi dengan rasio Ca dan P yang optimal.

Manfaat Penelitian ini adalah:

- 1) Dapat memanfaatkan limbah tulang sapi sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit dengan proses yang sederhana.
- 2) Mendapatkan material tulang buatan yang murah dengan karakteristik yang lebih baik.
- 3) Mengurangi ketergantungan penggunaan bahan dari logam dan bahan impor.
- 4) Memberikan nilai tambah ekonomis pada tulang, khususnya limbah tulang sapi

Komposisi Utama Tulang Sapi

Tulang merupakan salah satu jaringan tubuh yang kompleks bersifat kuat, kaku dan keras yang berfungsi, sebagai sistem penggerak, penunjang, pelindung organ tubuh, penyimpanan mineral dan energi serta penghasil sel darah merah. Komposisi tulang sapi yang terdiri dari 93% HA dan 7% β -tricalcium phosphate ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, β -TCP) [17]. Zat anorganik penyusun tulang sapi terdiri dari unsur Ca, P, O, H, Na dan Mg, dimana reaksi kimia antara unsur Ca, P, O, H merupakan senyawa apatit sedangkan Na dan Mg adalah zat anorganik penyusun tulang sapi dan titik lebur tulang sapi mencapai temperatur 1227oK (953.85°C) [18].

Hidroksiapatit (HA)

HA merupakan senyawa kalsium posfat yang mengandung hidroksida dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan material keramik. Aplikasi HA dari tulang sapi telah luas digunakan dalam dunia medis seperti untuk pencangkokan tulang, penggantian tulang, memperbaiki dan mengisi tulang serta untuk perbaikan jaringan gigi. Hal ini karena HA memiliki sifat biokompatilitas yang sangat baik dengan jaringan keras, sifat bioaktivitasnya yang dapat merekonstruksi ulang jaringan tulang yang telah rusak dan juga di dalam jaringan, osteokonduksitasnya tinggi, non-toksik, non inflamasi dan bersifat imunogenik [19].

Struktur kristal pada HA dapat dibedakan menjadi dua yaitu monoklinik dan heksagonal. Pada umumnya HA yang disintesis memiliki struktur kristal heksagonal. Struktur tersebut terdiri dari susunan gas PO_4 tetrahedral yang diikat oleh ion-ion Ca. Struktur *monoklinik* dapat dijumpai apabila HA yang terbentuk benar-benar stoikiometri dengan rasio Ca/P adalah 1,67 dan densitasnya 3,19 g/ml. Rasio molar dari Ca/P juga berpengaruh kepada kekuatan dari HA yang disintesis. Semakin besar rasio molar Ca/P maka kekuatan makin meningkat dan mencapai nilai

maksimum disekitar rasio Ca/P ~1,67 (HA stoikiometrik) dan tiba-tiba turun ketika rasio Ca/P >1,67 [21].

HA memiliki sifat kimia yang sesuai persyaratan untuk bahan biomedis, diantaranya, *biocompatible*, *bioactive* dan *bioresorbable*. *Biocompatible* adalah sifat suatu material yang tidak menyebabkan penolakan dari sistem kekebalan tubuh. *Bioactive* merupakan sifat suatu material yang dapat membantu pembentukan lapisan permukaan biologis. *Bioresorbable* merupakan sifat material yang dapat melarut (tanpa memperhatikan mekanisme yang akan menyebabkan pemindahan material) dan mengizinkan jaringan yang baru terbentuk tumbuh pada permukaan material. Material *bioresorbable* digunakan sebagai *scaffolds* ataupun pengisi (*filler*) yang menyebabkan mereka berinfiltrasi dan bersubstitusi ke dalam jaringan.

Penggunaan HA dalam aplikasi biomedik telah banyak dilaporkan antara lain sebagai pembawa obat [17], [22] dan [23] karena bersifat tidak beracun dan non inflamasi. Sintesis HA dan nano HA juga digunakan sebagai *bone filler* dan pengganti tulang (*bone substitute*) [24], [26] dan [27], karena HA sintesis menunjukkan pengabungan yang kuat dengan jaringan keras sehingga menjadikan HA untuk aplikasi yang menjanjikan dibanding dengan *allograft* dan *autograft* bahkan implant dari bahan logam. Kelebihan utama HA dari tulang sapi adalah biokompatibilitas, biodegradasi yang rendah, kemampuan osteokonduktivitas yang baik.

Proses Mekanis

Proses mekanis merupakan langkah untuk memperkecil ukuran tulang sapi yang telah direringkan menjadi ukuran yang lebih kecil atau serbuk dengan jalan penumbukan secara manual maupun menggunakan alat khusus seperti mesin penghalus *bowl mill*.

Proses Kalsinasi

Kalsinasi adalah proses pemanasan, penghilangan kandungan air,

karbondioksida atau gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan materi pada temperatur tinggi di bawah titik leleh dari zat penyusun materi khusus HA mencapai suhu 1200°C. Energi panas yang dihasilkan oleh *furnace* mengalir secara konduksi ke seluruh bagian permukaan HA untuk menguraikan zat organik, air dan menghilangkan bakteri atau agen pembawa penyakit sehingga massa dari HA berkurang. Laju kalsinasi dari HA bergantung pada bentuk dan ukuran dari butiran HA dan lama pemanasan. Semakin bulat bentuk butiran maka proses pemanasan semakin efektif karena panas dapat berdifusi secara bebas dari segala sudut permukaan, sehingga proses kalsinasi jadi maksimal [26].

Sintesa Hidroksiapatit

Sintesa HA telah banyak dilaporkan yang dihasilkan dari bahan sintesis dan tulang sapi dengan berbagai metode, diantaranya dipaparkan sebagai berikut: Sintesis HA dari bagian korteks tulang sapi melalui metode sintering. Tulang sapi yang telah dibersihkan dan dicuci kemudian dipotong dengan ukuran 1x1x1 cm, lalu dilakukan sintering dengan rentang suhu 500-1400°C dengan *heat rate* 5°C/menit selama 2, 3 dan 4 jam, didinginkan perlahan sampai temperatur ruang kemudian dihaluskan untuk mencapai ukuran $\pm 250 \mu\text{m}$. Didapatkan hasil HA kualitas terbaik pada suhu sintering 1000 °C dengan waktu 3 jam [19].

Metode alkalin hidrotermal yaitu serbuk tulang sapi dicampur dengan 25% *wt* larutan sodium hidroksida dengan rasio *solid : liquid* sebesar 1:40 dan dipanaskan pada suhu 50°C selama 5 jam selanjutnya dilakukan dekomposisi termal yaitu tulang sapi dipanaskan pada suhu 750°C selama 6 jam dengan *furnace* yang memiliki *heating rate* 10°C/menit, menghasilkan *nanorod* HA dengan ukuran partikel yang lebih kecil [20].

Sintesis nano HA dari tulang sapi dilaporkan menggunakan metode vibro-milling. Dimana tulang sapi dipotong menjadi ukuran lebih kecil dan direbus

selama 8 jam dalam air destilasi untuk menghilangkan tendon. Sampel dikeringkan pada suhu 200°C semalam dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi suhu 800°C selama waktu 3 jam, selanjutnya dihancurkan menjadi potongan kecil dan digiling menggunakan bowl mill selama 24 jam. Kemudian dilakukan vibro-milling dengan etanol sebagai media milling dengan variasi waktu penggilingan. Dilaporkan bahwa terbentuk nano HA dengan morfologi seperti jarum dan mempunyai kristal hexagonal dengan ukuran partikel 58 dan 62 nm. Waktu vibro-milling tidak mempengaruhi ukuran kristal tetapi pada distribusi nano HA yang diperoleh lebih baik dengan waktu optimum 2- 4 jam [26].

HA berpori dihasilkan melalui pemanasan (*annealing*) tulang sapi pada rentang temperatur 400 sampai 1200°C, prosesnya berawal dari tulang femur sapi dewasa yang telah diperkecil ukurannya, lalu dipanaskan selama 2 jam dengan *electric furnace* pada sembilan tingkat temperatur dalam rentang suhu 400 sampai 1200°C dengan *heating rate* 5°C/menit. Pada suhu 600 hingga 1000°C dihasilkan HA murni dan kristalinitas HA meningkat, pada suhu 1100 hingga 1200°C adanya sebagian kecil β -TCP, ini menunjukkan dekomposisi parsial dari HA. Sementara pada temperatur di atas 700°C menghasilkan struktur *sponge* (berpori) dari tulang yang saling berhubungan [17].

HA disintesis dari batu calcite dengan cara dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 5 jam untuk memperoleh $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lalu dicampur dengan larutan HNO_3 dan larutan DHP ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) sebagai sumber P untuk mendapatkan nano HA dengan metode presipitasi, kemudian komposit HA-alumina didapat melalui metode solid state reaction dengan perlakuan sintering pada suhu 1200°C dan penambahan alumina 50% didapatkan nilai kekesaran tertinggi sebesar 38,8 MPa [35].

HA dihasilkan dari tulang sapi dengan proses de-fatting (perebusan) selama 5 jam dan diikuti proses kalsinasi selama 2 jam dengan suhu 900 °C lalu digiling dengan bowlmill, menghasilkan HA dengan fase kristalin yang tinggi [37].

Pembuatan HA dari limbah tulang sapi dengan proses sintering pada suhu 800°C dilakukan sampai 4 kali pengulangan yang diselingi dengan proses bowlmill, diperoleh ukuran serbuk sebesar 63 μm dengan kadar kalsium yang tinggi sebesar 35,7% dan posfat sebesar 19,04%. Selanjutnya pembuatan komposit HA dengan metode pencampuran serbuk HA dengan resin (penambal gigi) diperoleh kekuatan tarik komposit yang paling tinggi pada penambahan resin 30% sebesar 13,66 MPa [38].

Laporan dari penelitian-penelitian tersebut diketahui bahwa pembentukan HA dari tulang sapi dapat dilakukan dan dari beberapa metode yang telah dilakukan metode mekanik dan kalsinasi yang lebih sederhana dalam mensintesa HA [19]. Ringkasan mengenai penelitian tentang berbagai proses sintesis HA dapat dilihat pada Tabel 1.

Planetary Bowl Mill

Planetary bowl mill adalah bowl mill dengan skala kecil yang digunakan di dalam laboratorium dan digunakan untuk mereduksi ukuran, baik dengan penggilingan secara kering dan basah, pencampuran, homogenisasi dari bahan kimia, tanah, dan bahan farmasi. Umpan yang diizinkan masuk ke dalam planetary bowl mill berukuran hingga 10 mm dengan keadaan lunak, keras, dan rapuh. Planetary bowl mill terdiri dari bola giling dan wadah penggilingan seperti Gambar 1. Bola giling berfungsi sebagai penghancur, sehingga material pembentuk bola giling harus memiliki kekerasan yang tinggi agar tidak terjadi kontaminasi saat terjadi benturan dan gesekan antara serbuk, bola dan wadah penggilingan.



Gambar 1. Alat *Planetary Bowl Mill*

Tabel 1. Sintesis hidroksiapatit yang telah dilakukan.

Sumber Bahan	Metode	Hasil	Referensi
Ca(NO ₃) ₂ , N ₄ H ₂ P ₄ dan NH ₂ CON H ₂	Presipitasi, ultrasonik dan thermal	Nano kristalin HA	Li-yun <i>et al.</i> , 2005 [27]
Ca(NO ₃) ₂ .4 H ₂ O, (NH ₄) ₂ HP O ₄ dan etanol	Ultrasonik sol-gel, thermal dibandingkan dengan sol-gel, thermal	Nano HA Bubuk	Gopi <i>et al.</i> , 2008 [28]
Tulang sapi	Metode <i>sintering</i>	HA dengan struktur kristal heksagonal	Kusrini <i>et al.</i> , 2012 [18]
Tulang sapi	Pemanasan pada T 400-1200°C	Porous HA	Ooi <i>et al.</i> , 2007 [26]
Tulang sapi	Proses <i>de-fatting</i> dengan kalsinasi	HA	Hilmi <i>et al.</i> , 2011 [37]
Tulang sapi	Mekanik, <i>sintering</i> , <i>Bowlmill</i>	HA dan sebaran ukuran seragam	Paskarino R. 2015 [38]

Ukuran bola yang digunakan dalam proses pereduksi mempengaruhi efisiensi serta bentuk akhir serbuk setelah dilakukan proses milling. Ukuran yang besar dan density yang tinggi pada suatu bola akan menghasilkan energi impact yang besar. Penggunaan bola yang besar memungkinkan adanya kontaminan yang semakin besar dan bagian bola yang

menumbuk serbuk akan semakin kecil luasnya selain itu penggunaan bola besar mempercepat kenaikan temperatur. Sedangkan dengan penggunaan bola kecil maka energi yang dihasilkan kecil tetapi luas kontak bola dengan serbuk semakin luas. Sehingga untuk memaksimalkan proses milling salah satunya dengan menggunakan ukuran bola yang berbeda-beda.

Pengamat Struktur Mikro dengan SEM

SEM (Scanning Electron Microscope) adalah sebuah peralatan yang dipergunakan untuk mengamati permukaan material/bahan tertentu dengan tujuan mendapatkan bentuk yang lebih detail struktur mikro dan makro material seperti terlihat pada Gambar 2. Pada sebuah SEM (*Scanning Electron Microscope*) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

- 1) Penembak elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas elektron misal tungsten.
- 2) Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
- 3) Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.



Gambar 2. Alat *Scanning Electron Microscope* (SEM), HITACHI tipe S-3400N

Pengecekan komposisi kimia dengan XRF

XRF (X-Ray Fluorescence) merupakan metoda analisis untuk menentukan komposisi kimia dari semua jenis material. Material dapat berupa padat, cair, bubuk, atau dalam bentuk lain yang diinginkan. Metoda XRF sangat cepat, akurat dan tidak destruktif serta hanya memerlukan sampel yang sangat sedikit. Pemakaian peralatan ini sangat luas meliputi logam, semen, minyak bumi, polimer, plastik, dan industri makanan, pertambangan, mineralogi, geologi dan analisis air serta material sampah pada ilmu lingkungan. Sistem spektrometer dapat dibagi menjadi beberapa kelompok utama yaitu: system dispersi energi (EDXRF) dan sistem dispersi panjang gelombang (WDXRF). Unsur yang dapat dianalisa pada EDXRF mulai dari Na sampai U. Untuk WDXRF bahkan juga bisa pada unsur ringan seperti Be sampai ke unsur berat U. selang konsentrasi yang terukur sangat kecil mulai dari sub ppm sampai 100%. Secara umum unsur dengan nomor atom lebih banyak dapat lebih akurat dideteksi dibanding unsur yang lebih ringan, presisi sangat akurat dan tanpa diperlukan standar eksternal.

Alat XRF seperti pada Gambar 3 dapat menentukan unsur kimia dari sampel dengan jalan mengukur spektrum karakteristik sinar-x fluorescences yang

dipancarkan oleh unsur-unsur yang berbeda dalam sampel saat diterangi oleh sinar-x.



Gambar 3. XRF (X-Ray Fluorescence)

METODOLOGI

Metode yang dipakai untuk mengekstrak HA dalam penelitian ini adalah proses kering dengan jalan memanaskan tulang pada temperatur 800°C, yang merupakan temperatur optimal dalam pembuatan HA [12]. Untuk memperoleh HA yang optimal dilakukan proses kalsinasi disertai dengan penumbukan dengan *bowlmill* secara berulang.

Langkah penelitian ini dibagi menjadi 3 (tiga). Pertama pembuatan serbuk tulang dari limbah tulang sapi, tahapan kedua pembuatan HA dari proses kalsinasi, ketiga pengamatan fisik menggunakan SEM dan XRF.

Preparasi bahan baku

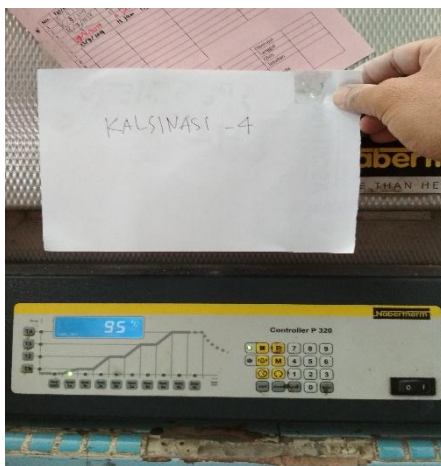
- Menyiapkan limbah tulang sapi dari limbah rumah makan yang menyediakan sup tulang sapi.
- Membersihkan dari jaringan dan zat yang tersisa di permukaan tulang lalu mencuci menggunakan sabun cuci cair.
- Tulang direbus selama 4 jam, untuk menghilangkan sisa sumsum dan lemak yang tersisa.
- Mengulangi langkah b untuk mendapatkan tulang yang bersih dari sisa jaringan lunak dan lemak, kemudian dijemur di bawah sinar matahari.
- Pemotongan tulang menjadi ukuran 20 x 60 mm, menggunakan gerinda tangan, hasil potongannya.

- f) Perebusan dengan panci bertekanan selama 4 jam untuk menghilangkan lemak dan membuat tulang menjadi rapuh.
- g) Proses pengeringan terdiri dari, penjemuran di bawah sinar matahari untuk mengurangi kadar air dan dilanjutkan pemanasan dengan oven selama 2 jam.
- h) Penghalusan dengan palu dan *blender* yang biasa digunakan untuk rumah tangga, untuk memperoleh tepung tulang sapi.

Preparasi hidroksiapatit dengan proses kalsinasi

Proses pembuatan Hidroksiapatit (HA) pada penelitian ini dilakukan beberapa tahapan.

- a) Tepung tulang sapi tersebut dikalsinasi menggunakan electric furnace seperti Gambar 4 pada temperatur 800oC selama 3 jam dan didinginkan perlahan hingga suhu ruang, dengan setingan furnace berikut:
 - T1 = 200°C, lama kenaikan t1= 15 menit, holding time = 30 menit
 - T2 = 400 °C, lama kenaikan t2= 15 menit, holding time = 30 menit
 - T3 = 600 °C, lama kenaikan t3= 15 menit, holding time = 30 menit
 - T3 = 800 °C, lama kenaikan t4= 15 menit, holding time = 30 menit



Gambar 4. Electric furnace

- b) Tepung tulang dihaluskan dengan menggunakan *bowl mill* dengan settingan sebagai berikut:
 - Diameter ball yang digunakan 10 mm sebanyak 45 butir berbahan stainless steel
 - Kecepatan 200 rpm dengan tiga (3) kali pengulangan kiri dan kanan
 - Lama pengulangan 20 menit
- c) Dilanjutkan dengan pengayakan bertingkat dengan menggunakan ayakan nomor 60 (250µm), nomor 120 (125µm), nomor 230 (63µm).
- d) Ulangi langkah a s/d c hingga 4 (empat) kali pengulangan agar diperoleh jumlah dan ukuran tepung yang kita perlukan.

Pengamatan sifat fisik

Pengamatan fisik terdiri dari tiga bagian diantaranya:

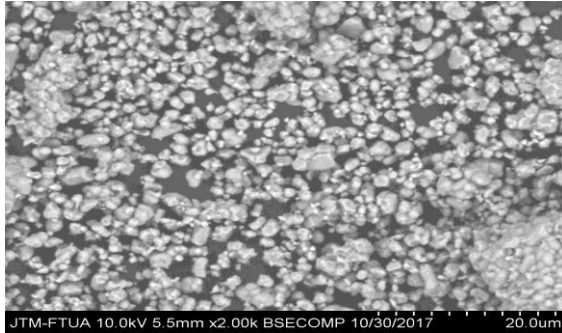
- a) Menggunakan SEM, untuk melihat struktur mikro dari serbuk HA
- b) Menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi kimia dari serbuk HA
- c) Menggunakan *image processing* untuk menentukan ukuran serbuk HA yang terbentuk.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Morfologi Serbuk HA

Dari hasil penelitian yang dilakukan, didapatkan hasil berupa gambaran morfologi serbuk HA yang diamati menggunakan SEM dengan pembesaran 2000 kali seperti pada Gambar 5. Butiran yang didapat hampir merata kehalusannya dengan ukuran rata-rata sekitar 42.25 µm pada rentang antara (30.29-136.4µm) berbentuk bulat tidak beraturan sebagaimana lampiran 2 (1) dan (2). Sementara hasil yang didapat dari penelitian sebelumnya, diperoleh ukuran rata-rata butiran sebesar 63 µm, dengan sebaran yang tidak merata [38]. Ukuran butiran yang halus ini sangat membantu dalam proses pencampuran bahan sehingga distribusi butiran lebih merata dan sangat

penting pada kekuatan mekanik komposit [9].



Gambar 5. Hasil SEM bubuk tulang sapi

Komposisi Kimia Serbuk HA

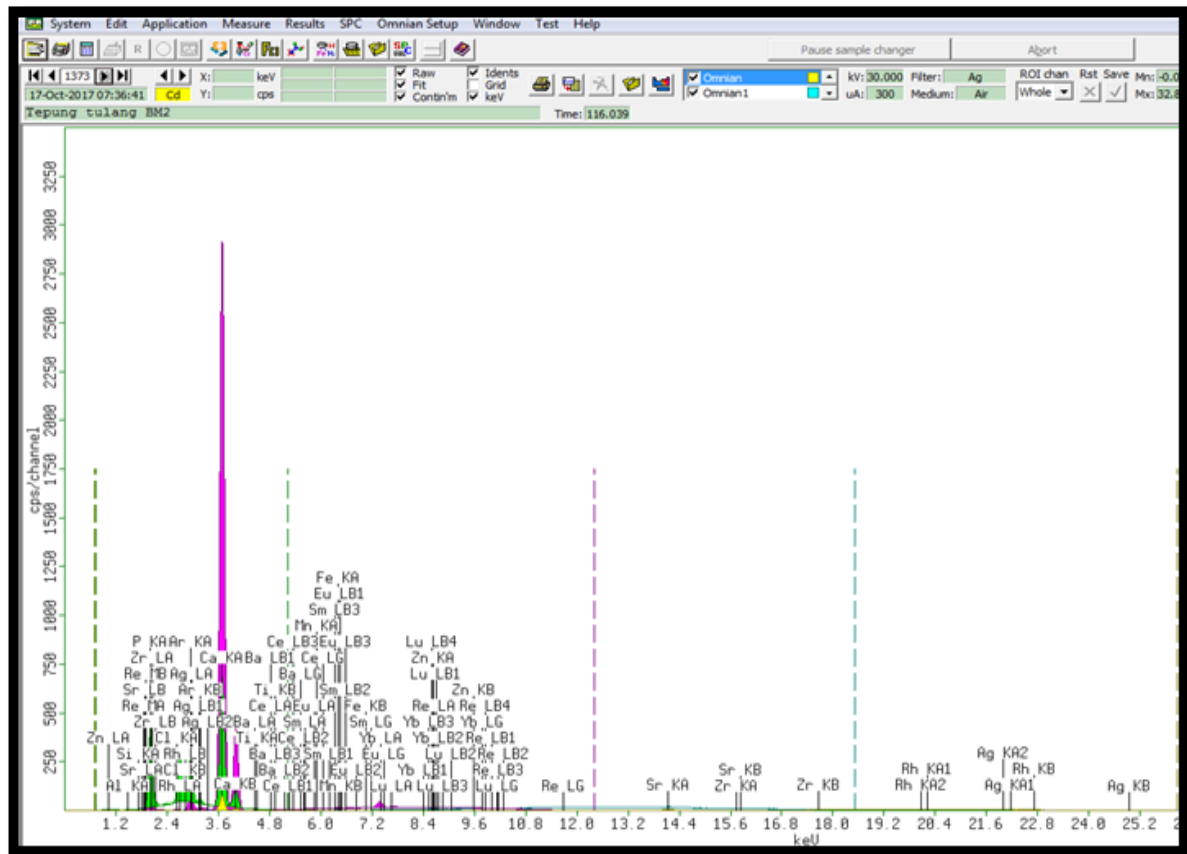
Tabel 2. dan Gambar 6 merupakan hasil pengukuran komposisi kimia serbuk HA dengan XRF, kadar Kalsium (Ca) yang didapatkan sebesar 37.418% dan Posfor (P) 23.185%, dengan rasio Ca/P sebesar 1.61. Dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dengan mensintesa HA dari tulang sapi menggunakan metode kalsinasi-

bowlmill diperoleh kadar Kalsium (Ca) tertinggi sebesar 35.07% dan Posfor (P) sebesar 19.04% dengan perbandingan Ca/P sebesar 1.84% [38], kemudian Wahdah I, (2014) [25] melaporkan bahwa hasil sintesa HA dari tulang sapi menggunakan metode basah-pengendapan menghasilkan kadar kandungan Ca dan P sebesar 38.88% dan 18.78% dengan rasio Ca/P = 2.06.

HA yang didapat dari penelitian ini lebih optimal nilai rasio Ca/P karena mendekati nilai optimal rasio Ca/P HA pada umumnya sebesar 1.67. Nilai Ca/P berpengaruh pada kekuatan dari HA karena semakin besar perbandingan Ca/P maka kekuatannya meningkat dan mencapai maksimal pada nilai Ca/P ~ 1,67 dan akan turun pada nilai rasio Ca/P > 1.67 [21].

Tabel 2. Hasil uji XRF

<i>Compound</i>	<i>Conc</i>	<i>Unit</i>	<i>Compound</i>	<i>Conc</i>	<i>Unit</i>
Mg	0.764	%	MgO	0.509	%
Al	1.611	%	Al ₂ O ₃	1.865	%
Si	0.219	%	SiO ₂	0.345	%
P	23.185	%	P ₂ O ₅	22.072	%
Cl	0.124	%	Cl	0.079	%
K	0.094	%	K ₂ O	0.069	%
Ca	37.418	%	CaO	34.124	%
Ti	0.009	%	Ti	0.004	%
Mn	0.006	%	Mn	0.003	%
Fe	0.047	%	Fe ₂ O ₃	0.033	%
Zn	0.032	%	Zn	0.016	%
Sr	0.087	%	Sr	0.042	%
Zr	0.003	%	Zr	0.001	%
Na	0.658	%	Na	0.476	%



Gambar 6. Diagram hasil XRF serbuk tulang sapi

Ukuran butiran serbuk

Hasil dari *image prosesing* dengan menggunakan bantuan *software "image J"* di peroleh hasil seperti tabel. 3 dengan sebaran kehalusan butiran seperti pada tabel. 4. Ukuran

Tabel 3. Data sebaran kerataan butiran HA

No	Kelas interval	Frekuensi	%
1	30.286 41.600	217	62.536
2	41.601 52.916	84	24.207
3	52.917 64.232	22	6.340
4	64.233 75.548	10	2.882
5	75.549 86.864	10	2.882
6	86.865 98.180	2	0.576
7	98.181 109.496	0	0.000
8	109.497 120.811	0	0.000
9	120.813 132.127	0	0.000
10	132.128 143.443	2	0.576
Jumlah		347	100

Tabel 4. Hasil pengukuran *image prosesing*

No	Area	A/□	r	D	Σ D (pix)	Σ D (μm)
1	5.24E+00	1.67E+00	1.29E+00	2.58E+00	3.521088	42.2530
2	7.02E+00	2.24E+00	1.50E+00	2.99E+00		5
3	3.32E+01	1.06E+01	3.25E+00	6.50E+00		
4	6.51E+00	2.07E+00	1.44E+00	2.88E+00		
5	7.11E+00	2.26E+00	1.50E+00	3.01E+00		
6	1.46E+01	4.65E+00	2.16E+00	4.31E+00		
7	6.85E+00	2.18E+00	1.48E+00	2.95E+00		
8	1.12E+01	3.56E+00	1.89E+00	3.77E+00		
9	1.40E+01	4.45E+00	2.11E+00	4.22E+00		
10	6.56E+00	2.09E+00	1.45E+00	2.89E+00		
11	7.85E+00	2.50E+00	1.58E+00	3.16E+00		
12	9.36E+00	2.98E+00	1.73E+00	3.45E+00		
13	8.63E+00	2.75E+00	1.66E+00	3.32E+00		
14	7.48E+00	2.38E+00	1.54E+00	3.09E+00		
15	8.63E+00	2.75E+00	1.66E+00	3.32E+00		
16	8.58E+00	2.73E+00	1.65E+00	3.31E+00		
17	6.37E+00	2.03E+00	1.42E+00	2.85E+00		
18	6.50E+00	2.07E+00	1.44E+00	2.88E+00		
19	7.49E+00	2.38E+00	1.54E+00	3.09E+00		

20	6.92E+00	2.20E+00	1.48E+00	2.97E+00		
21	1.18E+01	3.74E+00	1.93E+00	3.87E+00		
22	1.13E+01	3.59E+00	1.90E+00	3.79E+00		
23	2.56E+01	8.15E+00	2.85E+00	5.71E+00		
24	9.60E+00	3.06E+00	1.75E+00	3.50E+00		
25	8.45E+00	2.69E+00	1.64E+00	3.28E+00		
26	1.54E+01	4.89E+00	2.21E+00	4.42E+00		
27	1.13E+01	3.59E+00	1.90E+00	3.79E+00		
28	8.06E+00	2.57E+00	1.60E+00	3.20E+00		
29	6.88E+00	2.19E+00	1.48E+00	2.96E+00		
30	1.26E+01	4.02E+00	2.00E+00	4.01E+00		
31	1.59E+01	5.06E+00	2.25E+00	4.50E+00		
32	2.19E+01	6.97E+00	2.64E+00	5.28E+00		
33	1.08E+01	3.44E+00	1.86E+00	3.71E+00		
34	6.51E+00	2.07E+00	1.44E+00	2.88E+00		
35	2.79E+01	8.89E+00	2.98E+00	5.96E+00		
36	5.69E+00	1.81E+00	1.35E+00	2.69E+00		
37	8.77E+00	2.79E+00	1.67E+00	3.34E+00		
38	4.10E+01	1.31E+01	3.61E+00	7.23E+00		
39	7.83E+00	2.49E+00	1.58E+00	3.16E+00		

SIMPULAN

Sintesa HA dari limbah tulang sapi dengan metode mekanik-kalsinasi terbukti dapat menghasilkan kandungan kalsium (Ca) sebesar 37.418% dan posfor (P) sebesar 23.185% dengan rasio Ca/P = 1.61 mendekati nilai rasio Ca/P optimal HA sebesar 1.67.

SARAN

Dari hasil penelitian ini disarankan adanya penelitian lanjutan dalam hal proses penggilingan serbuk tulang sapi untuk memperoleh butiran lebih halus dan seragam

DAFTAR PUSTAKA

Heimann, R.B. 2002. *Materials Science of Crystalline Bio ceramics: A review of Basic properties and Applications*. CMU journal, 1(1), pp. 23-46.

Ortho world Inc. 2010. *The orthopedic industry annual report: 2009-2010 Joint Replacement*. Ohio, US.

Laurencin CT, LS. Nair, 2008. *Nano technology and tissue engineering: the scaffold*. CRC Press.

Hench, 1991. Biomaterials-the Interfacial Problem. Adv. Biomeg. Eng., 5, pp. 35-150.

Göller G, Oktar FN, 2002. Sintering effects on mechanical properties of glass reinforced hydroxyapatite composites, International Journal of Ceramics, 28(6), pp. 617-621

<https://www.bps.go.id/linkTableDinamis/view/id/1038>, diunduh tanggal 8/6/2017

<https://kampoengternak.or.id/bagaimana-menghitung-berat-karkas>, diunduh tanggal 8/6/2017

Ooi,C.Y., Hamdi, M., Ramesh, S. (2007). Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone. Ceramics International. 33, pp. 1171-1177.

Sontang, M., 2000. Optimasi hydroxyapatite dalam tulang sapi melalui proses sintering. Tesis, Universitas Indonesia.

Kusrini, E., 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, pp. 118-125.

Barakat, N.A.M., Khil, M.S., Sheikh, F.A., Omran, A.M., Kim, H.Y. (2009). Extraction of pure natural hydroxyapatite from the bovine bone bio waste by three different methods.

- Materials Processing Technology. 209, pp. 3408-3415.
- Ferraz, M., Montero, F.J., Manuel, C.M. 2004. Hydroxyapatite nanoparticles: A review of preparation methodologies. *J. App. Biomat. Biomech.* 2, pp. 74-80.
- Ruksudjarit, A., Pengpat, K., Rujjanagul, G., Tunkasiri, T. 2008. Synthesis and characterization of nanocrystalline hydroxyapatite from natural bovine bone. *Current Applied Physics.* 8, pp. 270-272.
- Li-Yun, C., Chuan-bo, Z., Jiang-feng, H. (2005). Influence of temperature, [Ca²⁺], Ca/P ratio and ultrasonic power on the crystallinity and morphology of hydroxyapatite nanoparticles prepared with a novel precipitation method. *Material Letters.* 59, pp. 1902-1906.
- Kweh, S.W.K., Khor, K.A., Cheang, P., 1999. The production and characterization of hydroxyapatite powders. *J. Material Processing Technology.* 89(9), pp. 373-377.
- Wang, A., Lu, Y., Zhu, R., Li, S., Ma, X., 2009. Effect of process parameters on the performance of spray dried hydroxyapatite microspheres. *Powder Technology.* 191, pp 1-6.
- Barakat, N.A.M., Khalil, K.A., Sheikh, F.A., Omran, F.A., Gaihre, B., Khil, M.S., Kim, H.Y., 2008. Physiochemical characterizations of hydroxyapatite extracted from bovine bones by three different methods: Extraction of biologically desirable HAp, *Materials Science and Engineering*, C28, pp. 1381-1387.
- Hilmi, I., Rinastiti, M., herliansyah, M.K., 2011. Synthesis of Hydroxyapatite from Local Bovine Bones for Biomedical Application, 2011 International Conference on Instrumentation, Communication, Information Technology and Biomedical Engineering. Bandung, Indonesia.
- Paskarino R. 2015. Analisis Sipat Mekanik Tualng Buatan dari Limbah Tulang Sapi dengan Metode Mixing Powder dan Kaitannya dengan Struktur Mikro, Tesis Pascasarjana Universitas Andalas.