



Pengaruh Kalsinasi Suhu 750°C terhadap Pembentukan Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Manggabai (*Glossogobius giuris*) Sebagai Kandidat Biomaterial

Alvinka Mutia^{1*}, Akram La Kilo¹, Wiwin Rewini Kunusa¹, La Alio¹

¹Universitas Negeri Gorontalo, Gorontalo 96554, Indonesia

*Corresponding author: alvinkamutia9@gmail.com

DOI: <https://doi.org/10.34312/je.v20i2.34003>

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi hidroksiapatit (HAp) dari tulang ikan manggabai (*Glossogobius giuris*) menggunakan metode sol-gel, dengan fokus pada kondisi kalsinasi suhu 750°C. Tulang ikan manggabai dipreparasi menjadi kalsium oksida (CaO) melalui kalsinasi, kemudian direaksikan dengan asam fosfat (H₃PO₄) untuk membentuk HAp. Hasil kalsinasi CaO pada 750°C menunjukkan serbuk berwarna putih keabu-abuan, mengindikasikan dekomposisi senyawa organik dan karbonat yang lebih sempurna dibandingkan suhu rendah. Karakterisasi XRD pada CaO 750°C menunjukkan fase dominan apatit (CaOH) sebesar 90% dan whitlockite 10%, dengan puncak difraksi yang tajam, menandakan kristalinitas material yang sangat baik. Analisis FTIR pada HAp yang disintesis pada 750°C mengidentifikasi gugus fungsi khas PO₄³⁻ (1026,18 cm⁻¹), CO₃²⁻ (1456,85 cm⁻¹), dan OH⁻ (3641,40 cm⁻¹), meskipun intensitas gugus karbonat dan hidroksil masih lemah, menunjukkan pembentukan HAp dasar yang belum optimal pada suhu ini. Keberhasilan pembentukan HAp pada 750°C dijelaskan melalui dekomposisi kalsium karbonat dan senyawa organik dalam tulang menjadi CaO dan fosfat, yang kemudian membentuk hidroksiapatit. Penelitian ini menunjukkan potensi tulang ikan manggabai sebagai sumber prekursor HAp, meskipun suhu kalsinasi 750°C belum sepenuhnya membentuk struktur HAp yang sempurna.

Kata kunci: Hidroksiapatit, Tulang Ikan Manggabai, Sol-Gel, 750°C, Karakterisasi

Abstract

*This study aims to synthesize and characterize hydroxyapatite (HAp) from manggabai fish bone (*Glossogobius giuris*) using the sol-gel method, focusing on calcination conditions at 750°C. Manggabai fish bone was prepared into calcium oxide (CaO) through calcination, then reacted with phosphoric acid (H₃PO₄) to form HAp. The results of CaO calcination at 750°C showed a grayish-white powder, indicating a more complete decomposition of organic and carbonate compounds compared to low temperatures. XRD characterization of 750°C CaO showed the dominant phase of apatite (CaOH) at 90% and whitlockite at 10%, with sharp diffraction peaks, indicating excellent crystallinity of the material. FTIR analysis of HAp synthesized at 750°C identified typical functional groups of PO₄³⁻ (1026.18 cm⁻¹), CO₃²⁻ (1456.85 cm⁻¹), and OH⁻ (3641.40 cm⁻¹), although the intensity of carbonate and hydroxyl groups was still weak, indicating suboptimal formation of basic HAp at this temperature. The successful formation of HAp at 750°C is explained by the decomposition of calcium carbonate and organic compounds in the bone into CaO and phosphate, which then form hydroxyapatite. This study shows the potential of manggabai fish bone as a source of HAp precursor, although the calcination temperature of 750°C has not fully formed the perfect HAp structure.*

Keywords: Hydroxyapatite, Manggabai Fish Bone, Sol-Gel, 750°C, Characterization.

The format cites this article in APA style:

Mutia, A., La Kilo, A., Kunusa, W. R., & Alio, L. (2025). Pengaruh Kalsinasi Suhu 750°C terhadap Pembentukan Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Manggabai (*Glossogobius giuris*) Sebagai Kandidat Biomaterial. *Jurnal Entropi*, 20(2), 88-93. <https://doi.org/10.34312/je.v20i2.34003>

PENDAHULUAN

Hidroksiapatit (HAp) dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan komponen anorganik utama penyusun jaringan keras manusia yang menyumbang 70% berat tulang dan 97% enamel gigi (Wahyudi et al., 2019). Dalam aplikasi biomedis, material biokeramik ini telah terbukti memiliki indeks biokompatibilitas melebihi 95% serta kemampuan osteokonduktif dengan laju regenerasi tulang mencapai 1.2-1.8 mm per minggu (Sukmana et al., 2022). Studi klinis terbaru mengungkapkan bahwa HAp yang berasal dari sumber alami menunjukkan afinitas 30% lebih tinggi terhadap sel osteoblast dibandingkan dengan material sintetik (Arifiadi et al., 2022). Danau merupakan perairan tawar yang mempunyai fungsi penting bagi pembangunan dan kehidupan manusia. Salah satu Danau yang ada di Provinsi Gorontalo adalah Danau Limboto (Limboto, 2024). Tulang ikan Manggabai (*Glossogobius giurus*) dipilih sebagai bahan baku dalam penelitian ini berdasarkan hasil analisis EDS yang menunjukkan kandungan kalsium-fosfat mencapai $68.5 \pm 2.3\%$ berat kering. Material ini memiliki rasio Ca/P sebesar 1.71 yang sangat mendekati komposisi tulang manusia (1.67), dengan kandungan karbonat kurang dari 5% berat dan densitas pori optimal antara 120-150 μm yang sesuai untuk aplikasi scaffold tulang. Dalam melakukan sintesis terdapat beberapa metode yaitu dengan metode sol-gel, metode kalsinasi-presipitasi, metode hidrotermal, dan metode kombinasi mekanis-kimia. Dari beberapa metode sintesis tersebut, metode sol-gel merupakan metode yang memiliki beberapa keunggulan yaitu pada metode sol-gel lebih cepat terjadi reaksi pengikatan pada temperatur 27°C yang berlangsung bersamaan dengan proses terbentuknya padatan yang memiliki tingkat kemurnian dan homogenitas yang tinggi (Elvita Eka Nursari et al., 2025). Metode sol-gel yang digunakan dalam sintesis HAp ini mampu

menghasilkan material dengan homogenitas kimiawi di atas 98% dan ukuran partikel terkontrol dalam kisaran 20-50 nm. Teknik ini juga menawarkan keunggulan dalam hal rendemen yang mencapai $85 \pm 3\%$ dengan biaya produksi 40% lebih hemat dibandingkan metode presipitasi konvensional (Pakpahan et al., 2024). Penelitian ini secara khusus mengkaji proses transformasi fase dari CaCO_3 menjadi CaO dan akhirnya HAp pada suhu kalsinasi 750°C seperti yang dilakukan oleh (Faisal et al., 2022). Parameter yang diteliti meliputi pengaruh suhu terhadap derajat kristalinitas yang dianalisis menggunakan XRD, identifikasi gugus fungsi melalui FTIR. Temuan dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi signifikan dalam pengembangan biomaterial berbasis sumber daya lokal yang bernilai tambah tinggi.

METODE PENELITIAN

Jenis Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium dengan pendekatan kuantitatif. Desain eksperimen ini dipilih untuk memastikan bahwa pengaruh variabel suhu kalsinasi 750°C dapat disintesis dan diamati secara objektif.

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Gorontalo. Waktu pelaksanaan penelitian mulai dari bulan februari hingga Juni 2025.

Target/Subjek Penelitian

Subjek penelitian adalah tulang ikan manggabai (*Glossogobius giurus*) yang digunakan sebagai bahan baku utama. Spesies ini dipilih secara spesifik karena kelimpahannya di perairan lokal dan kandungan kalsium fosfatnya yang tinggi, yang menjanjikan sebagai prekursor HAp yang potensial (Wulandari et al., 2024).

Prosedur

Prosedur Tulang ikan yang telah diperoleh direbus untuk memudahkan pemisahan jaringan lunak, kemudian dibersihkan secara menyeluruh dan direndam dalam larutan aseton selama 3×24 jam guna menghilangkan senyawa organik, sebelum akhirnya dikeringkan dalam oven. Sampel kering tersebut selanjutnya dikalsinasi pada suhu 750°C selama 3 jam untuk mengubah komponen kalsium dalam tulang menjadi kalsium oksida (CaO). Serbuk CaO yang dihasilkan kemudian dilarutkan dalam etanol dan direaksikan dengan asam fosfat (H₃PO₄) dalam suasana basa menggunakan NH₄OH sebagai penstabil pH, sehingga membentuk sol yang kemudian dikondisikan hingga menjadi gel. Gel yang terbentuk kemudian dikeringkan dan mengalami proses kalsinasi ulang, sebelum dilakukan analisis karakterisasi struktur dan gugus fungsi menggunakan instrumen FTIR dan XRD (Cahyaningrum SE et al., 2021).

Data, Instrumen, dan Teknik Pengumpulan Data

Data yang dikumpulkan dalam penelitian ini mencakup data kualitatif, seperti perubahan warna dan morfologi sampel selama proses sintesis, serta data kuantitatif berupa pola difraksi sinar-X (XRD) dan spektra inframerah (FTIR). Data XRD digunakan untuk menganalisis fasa kristalin, tingkat kristalinitas, dan ukuran kristal dari material hidroksiapatit yang dihasilkan (Mangkuasih & Rohmawati, 2021), sedangkan data FTIR digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi kimia yang terkandung dalam sampel, seperti fosfat, hidroksil, dan karbonat. Instrumen utama yang digunakan dalam penelitian ini meliputi furnace untuk proses kalsinasi tulang ikan Manggabei dan serbuk hidroksiapatit (Nandiyanto et al., 2023). alat X-ray Diffraction (XRD) untuk analisis struktur kristal, serta Fourier Transform Infrared (FTIR) untuk identifikasi gugus fungsi. Teknik pengumpulan data dilakukan melalui observasi langsung selama proses preparasi

dan sintesis, serta melalui pembacaan dan interpretasi hasil dari instrumen karakterisasi FTIR dan XRD (Dan et al., 2025).

Teknik Analisis Data

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi keberadaan gugus fungsi utama yang menjadi ciri khas hidroksiapatit, yaitu gugus hidroksil (O-H), karbonat (CO₃²⁻), dan fosfat (PO₄³⁻), melalui analisis spektrum serapan inframerah pada rentang bilangan gelombang tertentu. Sementara itu, karakterisasi XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terbentuk serta menganalisis intensitas puncak difraksi, yang mencerminkan derajatkristalinitas dan struktur internal material (Putama Mursal, 2018).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kalsinasi sampel tulang ikan manggabei pada suhu 750°C selama 3 jam menghasilkan serbuk kalsium oksida (CaO) dengan ciri fisik berwarna putih keabu-abuan hal tersebut sama dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh (Zahara et al., 2021). Perubahan warna ini mengindikasikan bahwa pada suhu ini, proses dekomposisi senyawa organik dan karbonat dalam tulang telah berlangsung lebih sempurna dibandingkan dengan suhu kalsinasi yang lebih rendah. Dekomposisi ini penting untuk menghasilkan prekursor CaO yang lebih murni untuk sintesis HAp. Suhu kalsinasi yang tinggi akan membuat perubahan yang cukup optimal dibandingkan dengan suhu rendah (Suhardin et al., 2018).

Tabel 1. Rendamen dan Hasil Warna Kalsinasi

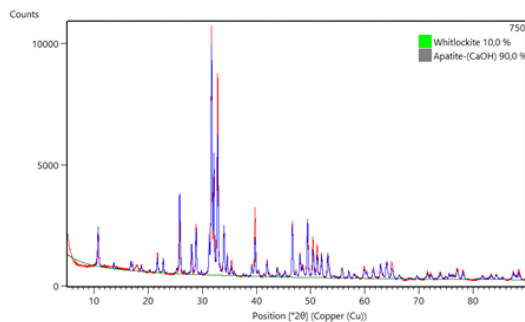
Sampel	Rendamen	Warna
750°C	59.26%	Putih Keabu- Abuan

Hasil analisis XRD untuk sintesis CaO pada suhu 750°C menunjukkan pola difraksi dengan fasa dominan hidroksiapatit (CaOH) sebesar 90% dan fasa minor whitlockite sebesar 10%. Pola difraksi memperlihatkan

puncak-puncak yang tajam dan intensitas tinggi, yang menandakan tingkat kristalinitas material yang sangat baik. Puncak-puncak difraksi yang teridentifikasi berada dalam rentang 10° hingga $80^\circ 2\theta$, dengan puncak tertinggi mencapai 10.000 counts. Kehadiran fasa whitlockite sebagai fasa minor adalah hal yang umum dalam material biologi berbasis kalsium fosfat dan tidak mengherankan mengingat asal bahan baku dari tulang ikan. Hasil ini konsisten dengan literatur yang menyatakan bahwa kalsinasi tulang ikan pada suhu di atas 700°C efektif dalam menghilangkan fasa karbonat dan mempromosikan pembentukan fasa hidroksiapatit (Arifiadi et al., 2022).

Tabel 2. Peak list Suhu 750°C

Pos [2θ]	Heigh [cts]	Fwhm	d-spacing	Rel.Int (%)
31.6911	19.3132	0.1931	2.82114	100.00



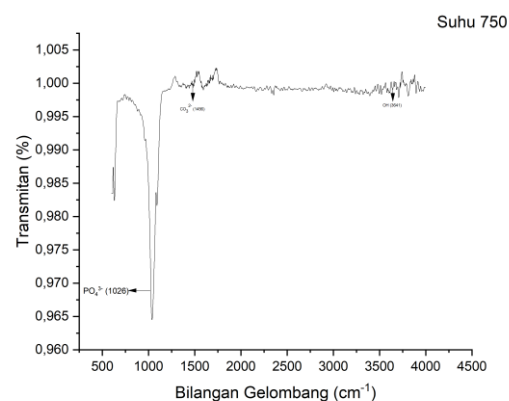
Gambar 1. Hasil Analisis XRD

Spektrum FTIR hidroksiapatit hasil sintesis pada suhu 750°C , sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.7 dalam skripsi, mengungkapkan keberadaan beberapa gugus fungsi penting. Puncak serapan pada bilangan gelombang $3641,40\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus hidroksil (OH^-), meskipun intensitasnya relatif kecil, sementara puncak pada $1456,85\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan keberadaan gugus karbonat (CO_3^{2-}) yang juga muncul dalam bentuk pita kecil. Puncak paling dominan dan tajam muncul pada bilangan gelombang $1026,18\text{ cm}^{-1}$, yang merupakan ciri khas gugus fosfat (PO_4^{3-}) sebagai komponen

utama dalam struktur hidroksiapatit (Muliati, 2016). Meskipun pembentukan gugus fosfat telah terjadi secara jelas, intensitas gugus OH^- dan CO_3^{2-} yang masih lemah menunjukkan bahwa struktur hidroksiapatit pada suhu 750°C belum terbentuk secara sempurna atau optimal. Hal ini dapat mengindikasikan bahwa sebagian gugus hidroksil dan karbonat belum sepenuhnya terintegrasi dalam kisi kristal hidroksiapatit atau masih terdapat sisa senyawa karbonat dari bahan asal. Temuan ini sejalan dengan laporan sebelumnya yang menyatakan bahwa suhu kalsinasi yang relatif rendah cenderung menghasilkan struktur kristal yang belum stabil atau belum sepenuhnya berkembang (Cahyaningrum SE et al., 2021).

Tabel 3. Gugus Fungsi

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm^{-1})
OH	3641.40
CO_3^{2-}	1456.85
PO_4^{3-}	1026.18



Gambar 2. Spektrum FTIR

KESIMPULAN

Sintesis kalsium oksida (CaO) dari tulang ikan manggabai pada suhu kalsinasi 750°C menghasilkan serbuk putih keabu-

abuan yang didominasi oleh fasa apatit (CaOH) 90% dan whitlockite 10%, dengan kristalinitas yang baik berdasarkan analisis XRD. Proses dekomposisi senyawa organik dan karbonat berlangsung lebih sempurna pada suhu ini. Karakterisasi FTIR pada HAp yang disintesis pada 750°C menunjukkan keberadaan gugus fosfat (PO_4^{3-}) yang kuat, mengkonfirmasi pembentukan HAp dasar. Namun, intensitas gugus hidroksil (OH^-) dan karbonat (CO_3^{2-}) yang lemah mengindikasikan bahwa suhu 750°C belum sepenuhnya optimal untuk mencapai struktur hidroksiapatit yang sempurna. Meskipun demikian, tulang ikan manggabi tetap menunjukkan potensi sebagai sumber prekursor HAp.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Dasar dan Laboratorium Kimia Organik Universitas Negeri Gorontalo atas dukungan fasilitas penelitian, serta kepada dosen pembimbing dan semua pihak yang telah membantu hingga artikel ini terselesaikan.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifiadi, F., Wahyudi, K., Manullang, R. J., Nurhidayati, & Novianti, H. R. (2022). Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit-Gibsit. *Jurnal Keramik Dan Gelas Indonesia*, 30(2), 78–89. <https://media.neliti.com/media/publication/s/453221-synthesis-and-characterization-of-hydrox-85b5f4ed.pdf>
- Cahyaningrum SE, Afifah F, Sa'adah, & Ranamanggala JA. (2021). Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Manyung (Arius thalassinus) Sebagai Material Implan Gigi. *Indonesian Chemistry and Application J*, 4(2), 21–26.
- Dan, K., Fungsional, G., Cangkang, C., Fitriyana, D. F., Anis, S., Ismail, R., Afrizal, M., Imran, A. I., & Siregar, J. P. (2025). PENGARUH PERLAKUAN MICROWAVE TERHADAP STRUKTUR. 16, 291–297.
- Elvita Eka Nursari, Widya Ningrum, Ersyzario Edo Yunata, Evi Suaebah, & Rohim Amirullah Firdaus. (2025). Review : Sintesis Nanopartikel Silika Dari Beberapa Material Dengan Metode Sol-Gel. *Inovasi Fisika Indonesia*, 14(1), 115–123. <https://doi.org/10.26740/ifi.v14n1.p115-123>
- Faisal, H., Tarigan, R. E., & Lase, J. (2022). Antibacterial Activity of Ag-Hidroksiapatite Composite of Bone-in Tuna (Thunnus albacores) Against Streptococcus mutans. *Sains Natural: Journal of Biology and Chemistry*, 12(2), 78–84. <https://doi.org/10.31938/jns.v12i2.378>
- Limboto, D. (2024). *Korespondensi penulis : DOI : http://dx.doi.org/10.15578/bawal.16.1.2024.35-44. 16(April), 35–44.*
- Mangkuasih, S. M., & Rohmawati, L. (2021). Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Sapu-Sapu (Hypostomus plecostomus) dengan Metode Presipitasi. *Jurnal Teori Dan Aplikasi Fisika*, 9(2), 229. <https://doi.org/10.23960/jtaf.v9i2.2818>
- Nandiyanto, A. B. D., Ragadhita, R., & Fiandini, M. (2023). Interpretation of Fourier Transform Infrared Spectra (FTIR): A Practical Approach in the Polymer/Plastic Thermal Decomposition. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 8(1), 113–126. <https://doi.org/10.17509/ijost.v8i1.53297>
- Pakpahan, G., Adoe, D. G. H., & Limbong, I. S. (2024). Pengaruh Fraksi Massa Tepung Terigu Terhadap Hasil Hidroksiapatit dengan Prekursor Cangkang Bekicot Menggunakan Metode Sol-Gel. 11(01), 107–115.
- Putama Mursal, I. L. (2018). Karakterisasi Xrd Dan Sem Pada Material Nanopartikel Serta Peran Material Nanopartikel Dalam Drug Delivery System. *Pharma Xplore : Jurnal Ilmiah Farmasi*, 3(2), 214–221. <https://doi.org/10.36805/farmasi.v3i2.491>
- Suhardin, A., Syahrul Ulum, M., Darwis Jurusan Fisika, D., & Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, F. (2018). Penentuan Komposisi Serta Suhu Kalsinasi Optimum CaO Dari Batu Kapur Kecamatan Banawa Determining The Composition and

- Optimum Calcination Temperature of CaO of Banawa Limestone. *Natural Science: Journal of Science and Technology ISSN*, 7(1), 30–35.
- Sukmana, I., Eka Risano, A. Y., Arif Wicaksono, M., & Adi Saputra, R. (2022). Perkembangan dan Aplikasi Biomaterial dalam Bidang Kedokteran Modern: A Review. *INSOLOGI: Jurnal Sains Dan Teknologi*, 1(5), 635–646. <https://doi.org/10.55123/insologi.v1i5.1037>
- Wahyudi, T. C., Sukmana, I., & Savetlana, S. (2019). Potensi Pengembangan Material Implan Tulang Hidroksiapatit Berbasis Bahan Alam Lokal. *In: Prosiding Kolokium Teknik*, 3(1), 1–5.
- Wulandari, S., Kumaji, S. S., Zakaria, Z., Solang, M., Valentina Aydalina, R., & Isra, M. (2024). Analisis Kadar Proksimat Ikan (Glossogobius Giuris) Manggbai di Danau Limboto Provinsi Gorontalo. *PESHUM: Jurnal Pendidikan, Sosial Dan Humaniora*, 4(1), 1461–1467.
- Zahara, A., B, B. G., & H, M. R. (2021). LITERATURE REVIEW: PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP SINTESIS KATALIS HETEROGEN CaO DARI. *Amina*, 2(2).