Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585

PENGEMBANGAN HIDROKSIAPAT (HAp) BERBASIS TULANG IKAN NILA DAN KOMPOSIT HAp/Fe_3O_4 SEBAGAI ADSORBEN ION LOGAM NIKEL (II)

FARHAH AZZAH FAUZIYYAH[1], RIZKA FITRIYANI S[1]*, VINA AMALIA[1]

[1]Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung, Jalan A.H Nasution No. 105, Cipadung, Cibiru, Kota Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia

*Penulis korespondensi email: rizkafs@uinsgd.ac.id

Informasi Artikel

Kata kunci: adsorben; adsorpsi; hidroksiapatit; komposit HAp/Fe_3O_4; nikel; tulang ikan nila

Abstrak / *Abstract*

Pencemaran logam berat nikel (Ni) di perairan berpotensi menimbulkan dampak negatif bagi kesehatan manusia dan ekosistem. Adsorpsi merupakan salah satu metode efektif untuk menurunkan konsentrasi logam berat. Tulang ikan nila (*Oreochromis niloticus*) berpotensi sebagai adsorben karena mengandung hidroksiapatit (HAp) yang mampu menurunkan konsentrasi ion logam nikel(II) dalam air. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan menganalisis perbedaan karakteristik hidroksiapatit (HAp) dan komposit HAp/Fe_3O_4, serta membandingkan kemampuannya sebagai adsorben ion logam nikel(II). Hidroksiapatit diisolasi dari tulang ikan nila menggunakan metode kalsinasi pada suhu 900°C selama 5 jam, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 disintesis melalui metode deposisi kimia. Karakterisasi HAp dan komposit HAp/Fe_3O_4 dilakukan menggunakan FTIR, XRD, dan SEM. Hasil karakterisasi menunjukkan perbedaan antara lain, adanya pita serapan gugus O-H hidrasi pada komposit HAp/Fe_3O_4 yang tidak ditemukan pada HAp. Analisis XRD menunjukkan ukuran kristal HAp sebesar 11,27 nm dan komposit HAp/Fe_3O_4 sebesar 5,93 nm, dengan persentase kristalinitas masing- masing sebesar 97,87% dan 80,05%. Hasil SEM menunjukkan bahwa HAp memiliki struktur morfologi granular yang padat, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 menunjukkan adanya aglomerasi partikel. Uji adsorpsi terhadap ion logam nikel(II) menunjukkan bahwa HAp memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 42,30 mg/g dengan efisiensi adsorpsi 33,40%, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 memiliki kapasitas sebesar 40,09 mg/g dengan efisiensi adsorpsi 31,66%. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa HAp memiliki kemampuan adsorpsi yang lebih baik dibandingkan dengan komposit HAp/Fe_3O_4 terhadap ion logam nikel(II), meskipun perbedaan kemampuan adsorpsi keduanya tidak signifikan secara statistik.

Keywords: adsorbent; adsorption; HAp/Fe_3O_4 composite; hydroxyapatite; nickel; tilapia fish bone.

Heavy metal nickel (Ni) pollution in water bodies has the potential to cause negative impacts on human health and ecosystem. Adsorption is one effective method for reducing heavy metal concentrations. Tilapia bones (Orechromis niloticus) have the potential as an adsorbent because they contain hydroxyapatite (HAp), which is capable of reducing the concentration of nickel(II) ions in water. This study aims to synthesis and analyze the differences in the characteristics of hydroxyapatite (HAp) and HAp/Fe_3O_4 composite, as well as to compare their capabilities as nickel(II) ion adsorbents. Hydroxyapatite was isolated from Tilapia bones using a calcination method at 900°C for 5 hours, while the HAp/Fe_3O_4 composite was synthesized through a chemical deposition method. Characterization of HAp dan HAp/Fe_3O_4 composite was performed using FTIR, XRD, and SEM. The characterization

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585

result revealed differences, including the presence of the O-H hydration group absorption band in the HAp/Fe_3O_4 composite that was not found in HAp. XRD analysis revealed a crystal size of 11,27 nm for HAp and 5,93 nm for the HAp/Fe_3O_4 composite, with crystallinity percentages of 97,87% and 80,05% respectively. SEM results showed that HAp has a dense granular morphological structure, whereas the HAp/Fe_3O_4 composite exhibit particle agglomeration. Adsorption tests on nickel(II) ions showed that HAp has an adsorption capacity of 42,30 mg/g with an adsorption efficiency of 33,40%, while the HAp/Fe_3O_4 composite has a capacity of 40,09 mg/g with an adsorption efficiency of 31,66%. The result of this study indicates that HAp has better adsorption capacity than the HAp/Fe_3O_4 composite in adsorbing nickel(II) ions, although the difference in adsorption capacity between the two is not statistically significant

PENDAHULUAN

Pencemaran logam berat di perairan merupakan salah satu permasalahan lingkungan yang berpotensi membahayakan kesehatan manusia dan ekosistem meskipun pada konsentrasi rendah. Peningkatan konsentrasi logam berat umumnya disebabkan oleh pembuangan limbah berbagai aktivitas industri [1]. Salah satu logam yang dapat ditemukan dalam limbah industri adalah nikel (Ni), yang bersifat toksik dan berpotensi menimbulkan gangguan kesehatan pada manusia maupun organisme akuatik. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 22 Tahun 2021, konsentrasi maksimum logam nikel dalam air sungai kelas II adalah sebesar 0,05 mg/L. Konsentrasi yang melebihi nilai tersebut dapat menyebabkan kematian biota akuatik dan menimbulkan gangguan kesehatan pada manusia. Oleh karena itu, diperlukan upaya penanganan air sungai yang terkontaminasi ion logam nikel(II) menjadi sangat penting [2].

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengurangi konsentrasi logam berat adalah adsorpsi [3]. Adsorpsi merupakan proses penyerapan ion atau molekul (adsorbat) pada permukaan zat padat (adsorben) yang disebabkan karena adanya gaya tarik antarmolekul. Metode ini memiliki keunggulan karena biaya yang relatif rendah. sebagai adsorben yang ekonomis dan berkelanjutan [4]. Salah satu bahan material yang banyak dikembangkan sebagai adsorben logam berat adalah hidroksiapatit (HAp). HAp dengan rumus kimia $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ memiliki struktur berpori, luas permukaan yang relatif tinggi, serta keberadaan gugus aktif seperti $(PO_4)^{3-}$ dan (-OH) yang memungkinkan interaksi ion logam melalui mekanisme pertukaran ion maupun pembentukan ikatan kompleks [5].

HAp dapat diisolasi dari tulang hewan vertebrata, termasuk tulang ikan yang mengandung komponen bernilai tinggi, seperti kolagen dan 60-70% zat anorganik berupa hidroksiapatit [6]. Tulang ikan nila (*Oreochromis niloticus*) merupakan salah satu limbah perikanan yang melimpah dan hingga kini belum dimanfaatkan secara optimal. Menurut penelitian Novalina, dkk (2020), menunjukkan bahwa tulang ikan nila mengandung kalsium sekitar 18,9% dan fosfor sekitar 5,8%, yang merupakan mineral utama penyusun hidroksiapatit [7]. Meskipun memiliki kemampuan adsorpsi terhadap ion logam, HAp memiliki keterbatasan dalam proses pemisahan dari media air setelah adsorpsi. Salah satu pendekatan untuk mengatasi keterbatasan tersebut adalah pengompositan HAp dengan magnetit (Fe_3O_4). Fe_3O_4 bersifat feromagnetik yang secara prinsip dapat mempermudah pemisahan adsorben menggunakan medan magnet eksternal, sekaligus meningkatkan stabilitas, luas permukaan, jumlah situs aktif, serta kapasitas penyerapan terhadap ion logam berat [8].

Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini dilakukan untuk mengisolasi hidroksiapatit dari tulang ikan nila dan mensintesis komposit HAp/Fe_3O_4. Kedua material kemudian dikarakterisasi serta diuji kemampuan adsorpsinya terhadap ion logam nikel(II) untuk membandingkan karakteristik dan kinerja adsorpsi HAp dan komposit HAp/Fe_3O_4 terhadap ion logam nikel(II).

EKSPERIMEN

Penelitian ini terdiri dari 4 tahapan utama, yaitu: (1) Isolasi hidroksiapatit (HAp) dari tulang ikan nila; (2) Sintesis komposit HAp/Fe_3O_4; (3) Karakterisasi; serta (4) Uji adsorpsi ion logam nikel(II).

Material

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tulang ikan nila yang diperoleh dari Pasar Ujung Berung, $FeCl_3.6H_2O$ p.a (Merck), $FeSO_4.7H_2O$ p.a (Merck), NaOH p.a (Merck), $AgNO_3$ p.a (Merck), $BaCl_2.2H_2O$ p.a (Merck), $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ p.a (Merck), HNO_3 p.a (Emsure), aquades, dan aqua DM.

Instrumentasi

Instrumentasi yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah Fourier Transform Infra Red (FTIR) (Bruker Alpha), X-Ray Diffraction (XRD) (PANalytical X'Pert PRO seri PW3040/x0), Scanning Electron Microscopy (SEM) (JEOL JSM 3600 LA), dan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) (Agilent Technologies 200 series AA, 240FS-AA).

Prosedur

Isolasi Hidroksiapatit

Sampel tulang ikan nila dipisahkan dari daging ikan yang masih menempel dan direndam dalam air panas suhu 80°C selama 30 menit. Kemudian, dibersihkan beberapa kali tulang ikan dengan aquades dan dipotong menjadi ukuran yang lebih kecil. Setelah itu, tulang ikan dikeringkan pada sinar matahari selama 2 hari dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam.

Selanjutnya, sampel tulang ikan nila yang telah dikeringkan dimasukkan ke dalam cawan krusibel, dan dikalsinasi menggunakan furnace pada suhu 900°C selama 5 jam. Hasil kalsinasi kemudian ditimbang dan dihaluskan dengan lumpang alu, lalu diayak dengan ayakan 100 mesh.

Sintesis Komposit HAp/Fe_3O_4

Komposit HAp/Fe_3O_4 dilakukan dengan metode deposisi kimia, dengan perbandingan mol hidroksiapatit dan larutan magnetik yaitu 1:1. Sebanyak 21,6096 gram (0,0215 mol) hidroksiapatit dicampurkan dengan 300 mL larutan garam besi yang terdiri dari 11,3764 gram (0,0421 mol) $FeCl_3.6H_2O$ dan 5,9799 gram (0,0215 mol) $FeSO_4.7H_2O$. Kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu 80°C selama 10 menit. Setelah itu, ditambahkan 300 mL larutan NaOH 1,5 M tetes demi tetes hingga diperoleh endapan berwarna hitam kecoklatan. Endapan yang dihasilkan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua DM hingga pH 7. Selanjutnya dikeringkan komposit HAp/Fe_3O_4 yang dalam oven pada suhu 70°C selama 5 jam [1] [2].

Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan pada HAp hasil isolasi dan komposit HAp/ Fe_3O_4 menggunakan instrumen FTIR, XRD, dan SEM. Untuk mengidentifikasi gugus fungsi dianalisis menggunakan FTIR, analisis komposisi senyawa dan struktur kristal menggunakan XRD, serta analisis struktur morfologi kristal menggunakan SEM.

Uji Adsorpsi Ion Logam Nikel(II)

Sebanyak masing-masing 0,05 gram HAp dan komposit HAp/ Fe_3O_4 dikontakkan dengan 50 mL larutan logam nikel(II) dengan konsentrasi 100 ppm menggunakan shaker selama 120 menit pada suhu ruang. Kemudian larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring Whattman No.41 dan filtrat diuji menggunakan AAS dengan panjang gelombang 232 nm untuk mengetahui konsentrasi ion logam nikel(II) yang teradsorpsi. Ion logam nikel(II) yang teradsorpsi oleh HAp dan komposit HAp/Fe3O4 dapat dihitung menggunakan persamaan (1) dan (2).

$$Qe = \left(\frac{C1-C2}{W}\right) \times V \quad (1)$$

$$R\ (\%) = \left(\frac{C1-C2}{C1}\right) \times 100\% \quad (2)$$

dengan:
C1 : Konsentrasi awal logam (ppm)
C2 : Konsentrasi logam setelah diadsorpsi (ppm)
Qe: Kapasitas adsorpsi (mg/g)
W : Massa adsorben (g)
V : Volume adsorbat (L)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Hidroksiapatit (HAp)

Tulang ikan nila yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari bagian tubuh ikan nila tanpa melalui proses pemasakan. Penggunaan tulang tanpa proses pemasakan bertujuan untuk mempertahankan kandungan mineral alami, seperti kalsium dan fosfor dan dapat meminimalisir kontaminasi dari minyak, lemak, maupun senyawa organik hasil pengolahan yang berpotensi mempengaruhi kemurnian hidroksiapatit yang dihasilkan.

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585

Proses isolasi hidroksiapatit dari tulang ikan nila diawali dengan pemisahan tulang ikan nila menggunakan air mengalir untuk menghilangkan sisa daging, lemak, dan kotoran yang masih menempel pada permukaan tulang. Selanjutnya, proses perendaman tulang dalam air suhu 80°C selama 30 menit bertujuan untuk melunakkan jaringan lunak, seperti sisa daging, lemak, dan membran, sehingga lebih mudah dibersihkan. Pada suhu yang lebih rendah dapat mengurangi efektivitas pelepasan jaringan organik, sedangkan suhu yang terlalu tinggi berpotensi menyebabkan pelarutan komponen penyusun tulang.

Kemudian dilakukan pembersihan kembali dengan menggunakan air mengalir untuk memastikan tulang benar-benar bersih dari sisa daging, lemak, maupun kotoran dan air bilasannya terlihat jernih. Setelah tulang ikan bersih, tulang dipotong menjadi ukuran yang lebih kecil agar proses pengolahan berikutnya berlangsung secara efektif. Pengeringan awal tulang ikan di bawah sinar matahari dilakukan untuk mengurangi kadar air dan menghambat pertumbuhan mikroorganisme penyebab pembusukan. Setelah dijemur, tulang ikan nila di oven pada suhu 105°C selama 1 jam untuk menghilangkan sisa air yang masih terikat pada tulang. Tulang ikan nila yang telah dipreparasi menunjukkan warna putih kekuningan yang ditunjukkan pada **Gambar 1**. Warna tersebut menandakan bahwa tulang masih mengandung komponen organik, seperti kolagen, protein, dan lemak.



Gambar 1 Tulang ikan nila yang telah dipreparasi

Sampel tulang ikan yang telah dikeringkan selanjutnya dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 900°C selama 5 jam untuk menghilangkan komponen organik serta menguraikan senyawa karbonat yang dapat menghambat pembentukan kristal hidroksiapatit. Pada suhu 900°C, dekomposisi komponen organik terjadi lebih sempurna, sehingga yang tersisa adalah fase mineral penyusun tulang, yaitu hidroksiapatit.

Selama proses kalsinasi terjadi beberapa taHApan dekomposisi, yaitu: (1) penguapan kandungan air dalam tulang ikan pada suhu di bawah 250°C, (2) oksidasi komponen organik pada suhu di bawah 450°C, (3) dekomposisi magnesium karbonat ($MgCO_3$) pada suhu 540°C, (4) dekomposisi kalsium karbonat ($CaCO_3$) menjadi kalsium oksida (CaO) yang merupakan unsur penyusun hidroksiapatit pada suhu sekitar 700-1000°C [3][4]. Reaksi dekomposisi yang terjadi dapat dituliskan sebagai berikut:

$$CaCO_{3\,(s)} \rightarrow CaO_{\,(s)} + CO_{2\,(g)}$$

Panas yang diberikan selama proses kalsinasi berfungsi untuk memutus ikatan kimia pada senyawa penyusun tulang. Peningkatan suhu menyebabkan ikatan kimia menjadi semakin lemah, sehingga pada suhu tertentu terjadi dekomposisi senyawa organik dan pelepasan komponen volatil. Akibatnya, tulang ikan yang telah dikalsinasi mengalami penyusutan massa dan perubahan warna. Dari proses isolasi yang telah dilakukan, diperoleh rendemen hidroksiapatit sebesar 52,35%. Perubahan warna dari putih kekuningan menjadi putih setelah kalsinasi juga mengindikasikan berkurangnya kandungan senyawa organik dan berubahnya komposisi unsur pengisi menjadi hidroksiapatit. Hasil tulang ikan setelah proses kalsinasi dapat dilihat pada **Gambar 2**. Tulang ikan hasil kalsinasi kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Proses pengayakan bertujuan untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih kecil dan homogen, sehingga luas permukaan adsorben semakin besar.



Gambar 2 Hasil kalsinasi tulang ikan nila

Sintesis Komposit HAp/Fe_3O_4

Komposit HAp/Fe_3O_4 disintesis menggunakan metode deposisi kimia dengan perbandingan mol masing-masing 1:1. Perbandingan mol HAp dengan Fe_3O_4 sebesar 1:1

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585

didasarkan pada penelitian Khasanah (2018) yang melaporkan bahwa komposisi tersebut menghasilkan komposit dengan momen magnet yang tinggi [13]. Tingginya sifat magnet tersebut

Komposit HAp/ Fe_3O_4 dibuat dengan mencampurkan hidroksiapatit dengan larutan garam besi (magnetik) yang terdiri dari $FeCl_3.6H_2O$ sebagai sumber Fe^{3+} dan FeSO4.7H2O sebagai sumber Fe^{2+}. Kedua larutan tersebut dipilih karena keduanya mudah larut dalam air. Selain itu, FeCl3 dan FeSO4 merupakan larutan elektrolit kuat dengan derajat disosiasi mendekati 1, sehingga zat dapat larut dengan sempurna membentuk ion-ion dan reaksi pembentukan magnetit (Fe_3O_4) dapat berlangsung dengan baik [14].

Serbuk hidroksiapatit ditambahkan ke dalam larutan campuran garam besi pada suhu 80°C dan diaduk selama 10 menit karena dapat mempercepat pembentukan dan meningkatkan kristalinitas Fe_3O_4 tanpa menyebabkan aglomerasi partikel yang berlebihan, dan masih cukup aman untuk menjaga struktur HAp tetap stabil. Pencampuran HAp ke dalam larutan campuran garam besi menghasilkan larutan berwarna kuning kejinggaan.



Gambar 3 Endapan komposit HAp/ Fe_3O_4 saat tertarik magnet

Setelah itu, ditambahkan larutan NaOH tetes demi tetes ke dalam larutan campuran garam besi sebagai prekursor pengendap dalam suhu 80°C sambil diaduk selama 1 jam. Suhu 80°C dipilih pada saat penambahan NaOH untuk memberikan energi kinetik yang cukup bagi ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} agar bereaksi dengan ion OH^- membentuk Fe_3O_4 dan membentuk endapan berwarna hitam kecoklatan yang dapat berinteraksi dengan medan magnet seperti yang terlihat pada **Gambar 3**. Reaksi yang menggambarkan pembentukan magnetit dapat dituliskan sebagai berikut:

$$Fe^{3+}_{(aq)} + Fe^{2+}_{(aq)} + 8OH^-_{(aq)} \rightarrow Fe_3O_{4(s)} + 4H_2O_{(l)}$$

berkaitan dengan besarnya momen magnet, sehingga material memiliki nilai magnetisasi besar.

Endapan komposit Fe_3O_4 berwarna hitam kecoklatan yang terbentuk ini memiliki sifat tidak larut dalam air dan bersifat feromagnetik, karena ketika didekatkan dengan medan magnet eksternal endapan dapat tertarik atau berinteraksi dengan medan magnetnya [14]. Endapan komposit Endapan komposit HAp/FeO yang dihasilkan kemudian dipisahkan dengan cara penyaringan, dan dilakukan pencucian dengan aqua dm hingga pH netral dan terbebas dari ion SO_4^{2-} dan Cl^- yang berasal dari Na_2SO_4 dan NaCl sebagai produk samping dari reaksi pembentukan magnetit [15].

Endapan yang telah netral dan terbebas dari ion Cl^- dan SO_4^{2-} kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 70°C selama 5 jam. Pengeringan dilakukan pada suhu rendah untuk menjaga sifat feromagnetik komposit. Pada rentang suhu tinggi (100-600°) kemungkinan akan terjadinya oksidasi atau perubahan fasa kristal dari magnetit menjadi hematit yang memiliki sifat kurang magnetis bahkan tidak sama sekali [5]. Hasil akhir yang didapatkan adalah serbuk komposit HAp/Fe_3O_4 berwarna hitam kecoklatan yang dapat tertarik medan magnet eksternal dengan rendemen sebesar 90,13%. Hasil sintesis komposit HAp/Fe_3O_4 dapat dilihat pada **Gambar 4**.



Gambar 4 Serbuk Komposit HAp/Fe_3O_4

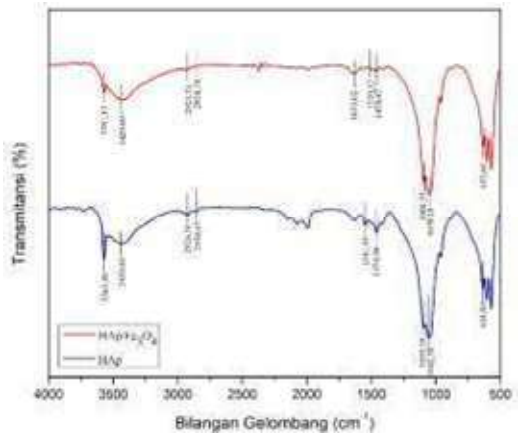
Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui keberhasilan dengan melihat spektrum gugus fungsi CO_3^{2-}, PO_4^{3-}, -OH, H-O-H, dan Fe-O dalam strukturnya. Spektrum hasil analisis ditunjukan pada **Gambar 5.**

Hasil analisis FTIR pada sampel HAp dan komposit HAp/Fe_3O_4 menunjukkan adanya pita

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585

serapan karakteristik gugus hidroksil (-OH), karbonat (CO_3^{2-}), dan fosfat (PO_4^{3-}). Keberadaan 3 4 gugus-gugus tersebut mengindikasikan bahwa struktur hidroksiapatit telah berhasil terbentuk. Pita serapan pada panjang gelombang 3438,03-3563,99 cm^{-1} untuk hidroksiapatit dan 3429,09-3582,13 cm^{-1} untuk komposit HAp/ Fe_3O_4 dikaitkan dengan vibrasi regangan gugus hidroksil yang dapat berasal dari molekul air teradsorpsi pada permukaan sampel.



Gambar 5 Spektrum FTIR hidroksiapatit dan komposit HAp/Fe3O4

Perbedaan spektrum FTIR sebelum dan sesudah pengompositan ditandai dengan munculnya pita serapan yang berkaitan dengan vibrasi tekuk H-O-H (air teradsorpsi) pada bilangan gelombang 1633,62 cm-1. Kemunculan pita ini disebabkan karena dalam pembuatan komposit melibatkan medium air dan terjadinya peningkatan jumlah air yang teradsorpsi setelah proses pengompositan.

Pita serapan pada bilangan gelombang 1454,00-1541,95 cm^{-1} pada hidroksiapatit dan 1458,47-1550,15 cm^{-1} pada komposit HAp/Fe_3O_4 dikaitkan dengan vibrasi gugus karbonat karbonat (CO_3^{2-}) [6]. Adanya gugus fosfat (PO_4^{3-}) juga teridentifikasi pada HAp maupun komposit HAp/Fe3O4. Pada hidroksiapatit, gugus PO_4^{3-} teridentifikasi oleh pita serapan pada panjang gelombang 1042,58-1095,50 dan 634,90 cm-1, sedangkan pada komposit HAp/ Fe_3O_4 pita serapan panjang gelombang 1038,18-1084,33 dan 632,66 cm-1 Bilangan gelombang dari pita serapan yang muncul pada HAp dan komposit HAp/Fe_3O_4 ditunjukkan pada **Tabel 1.**

Setelah proses pengompositan, terjadi pergeseran bilangan gelombang pada masing masing gugus fungsi HAp. Pergeseran tersebut mengindikasikan adanya interaksi antara fasa hidroksiapatit dan Fe_3O_4 yang menyebabkan perubahan distribusi elektron pada gugus-gugus penyusun hidroksiapatit. Pada komposit HAp/ Fe_3O_4, pita serapan karakteristik Fe-O seharusnya muncul pada bilangan gelombang 500 600 cm-1. Namun, pita tersebut tidak teridentifikasi secara jalan karena mengalami tumpang tindih (overlapping) dengan pita vibrasi gugus fosfat hidroksiapatit pada daerah yang bilangan gelombang yang sama.

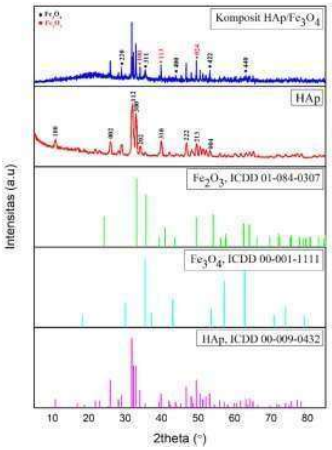
Tabel 1 Bilangan gelombang gugus fungsi yang terkandung pada hidroksiapatit dan komposit HAp/ Fe_3O_4

Dugaan Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang Referensi	Bilangan Gelombang HAp(cm^{-1})	Bilangan Gelombang HAp / Fe3O4 (cm^{-1})
CO_3^{2-}	1400-1700	1541,95	1550,15
		1454,00	1458,47
-OH	3400-3639	3563,99	3581,13
		3438,03	3429,09
PO_4^{3-}	630 dan 1000-1150	1095,50; 1042,58 dan 634,90	1084,33; 1038,18 dan 632,66
H-O-H	1600-1650	-	1633,62
Fe-O	500-600	-	-

Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fasa kristal dan menentukan struktur kristal suatu material. Hasil analisis menggunakan XRD berupa difraktogram yang menunjukkan puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ. Identifikasi fasa dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi sampel terhadap data standar dari *database International Centre Diffraction Data* (ICDD) dengan nomor referensi 00-009-0432, Fe_3O_4 dari database dengan nomor referensi 00-001-1111, dan Fe2O3 dari *database* dengan nomor referensi 01-084-0307 [7][8]. Hasil analisis XRD dapat dilihat pada **Gambar 6**

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585



Gambar 6 Pola XRD dari HAp dan Komposit Hap/Fe3O4

Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data, diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2 theta untuk fasa hidroksiapatit 10,84°; 25,84°; 32,19°; 32,90°; 34,05°; 39,81°; 46,71°; 49,47°; 53,14°. Selain itu, komposit HAp/ Fe_3O_4 juga menunjukkan kecocokan dengan standar fasa Fe3O4 pada puncak-puncak difraksi 2 theta 30,06°; 35,45°; 43,04°; 53,55°; dan 62,73°. Data hasil pencocokan pundak difraksi adsorben dengan data standar disajikan pada **Tabel 2**. Kesesuaian puncak-puncak difraksi tersebut dengan data standar menunjukkan bahwa hidroksiapatit hasil sintesis dari tulang ikan nila dan komposit HAp/ Fe_3O_4 telah berhasil.

Pada puncak difraksi 2 theta komposit HAp/Fe3O4 juga terdeteksi beberapa puncak yang sesuai dengan fasa α-Fe2O3 (hematit). Keberadaan fasa hematit mengindikasikan bahwa sebagian ion Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} mengalami oksidasi selama proses sintesis akibat keberadaan oksigen di lingkungan reaksi. Pada dasarnya, sintesis Fe3O4 harus dilakukan dalam kondisi minim oksigen (inert), seperti mengalirkan gas nitrogen (N2) atau argon (Ar) untuk meminimalisir oksidasi ion Fe^{2+} selama proses sintesis berlangsung.

Berdasarkan hasil analisis menggunakan perangkat lunak *Match!,* komposit yang dihasilkan tersusun atas 69,9% hidroksiapatit, 22,3% Fe_3O_4, dan 7,9% α-Fe_2O_3. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hidroksiapatit tetap menjadi fasa dominan dalam komposit, sedangkan fasa oksida besi didominasi oleh Fe_3O_4. Adapun fasa α-Fe_2O_3 hanya terbentuk sebagai fasa minor karena terjadinya proses oksidasi sebagian ion Fe^{2+} selama proses sintesis. Meskipun terdeteksi fasa α-Fe_2O_3, pola difraksi menunjukkan bahwa proses pengompositan berhasil menggabungkan fasa hidroksiapatit dengan Fe_3O_4 tanpa menyebabkan perubahan struktur kristal yang signifikan pada kedua material. Fasa α-Fe_2O_3 bersifat antiferomagnetik dengan respons magnetik yang jauh lebih lemah dibandingkan fasa Fe_3O_4, sehingga dapat mengurangi proporsi fasa Fe_3O_4 yang berperan dalam meningkatkan sifat magnetik komposit.

Tabel 2 Perbandingan puncak difraksi 2θ HAp dan komposit HAp/Fe3O4 dengan standar ICDD

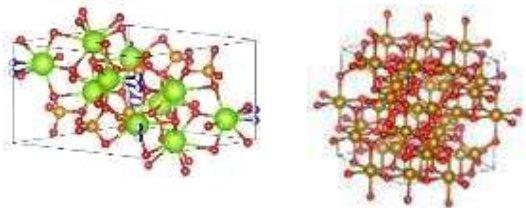
Mineral	Puncak Khas 2θ Standar (°)	Puncak 2θ (°)	Indeks Miller
HAp	10,820	10,843	100
	25,879	25,844	002
	32,197	32,133	112
	32,902	32,933	300
	34,049	34,267	202
	39,819	39,911	310
	46,713	46,733	222
	49,469	49,467	213
	53,145	53,111	004
Magnetit (Fe_3O_4)	30,064	30,078	220
	35,452	35,466	311
	43,038	43,087	400
	53,547	53,556	422
	62,064	62,726	440
Hematit (Fe_2O_3)	35,709	35,134	100
	40,955	39, 970	113
	49,579	49,633	024

Selain menurunkan sifat magnetik, keberadaan fasa α-Fe_2O_3 juga berpotensi mempengaruhi kemampuan adsorpsi komposit. Lapisan fasa α-Fe_2O_3 yang terbentuk pada permukaan komposit dapat menutupi sebagian situs aktif hidroksiapatit yang berperan dalam mengadsorpsi ion logam nikel(II). Meskipun demikian, komposit HAp/Fe_3O_4 yang dihasilkan menunjukkan sifat magnetik yang baik, ditandai dengan kemudahan dalam pemisahan adsorben menggunakan medan magnet eksternal, serta memiliki serbuk berwarna hitam kecoklatan yang merupakan karakteristik khas Fe_3O_4.

Selanjutnya, data hasil analisa XRD diolah menggunakan *Software Vesta* untuk melihat struktur kristal hidroksiapatit dan Fe_3O_4 yang terbentuk. Selain itu, dilakukan identifikasi fasa yang terbentuk menggunakan *software Highscore* dan dicocokkan dengan *database* ICDD 00-009-

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585

0432, fasa hidroksiapatit yang terbentuk memiliki sistem kristal heksagonal dengan grup ruang P63/m yang dapat dilihat pada **Gambar 7(a)**. Struktur kristal tersebut memiliki parameter kisi a = b = 9,4141 Å dan c = 6,8892 Å, dengan sudut α = β = 90° dan γ = 120°. Selain itu, fasa Fe_3O_4 yang teridentifikasi berdasarkan *database* ICDD 00-001-1111 memiliki sistem kristal kubik dengan kelompok ruang Fd-3m yang dapat dilihat pada **Gambar 7(b)**. Struktur kristal Fe_3O_4 memiliki parameter kisi a = b = c = 8,3840 Å dengan sudut α = β = γ = 90°. Nilai parameter kisi hidroksiapatit dan Fe_3O_4 hasil sintesis memiliki perbedaan yang relatif kecil dengan nilai parameter kisi masing-masing material standar. Perbedaan tersebut menunjukkan bahwa proses sintesis berhasil menghasilkan struktur kristal hidroksiapatit dan Fe_3O_4 tanpa menyebabkan perubahan sistem kristal maupun grup ruang.



(a) (b)

Gambar 7 Struktur kristal (a) HAp, dan (b) Fe3O4

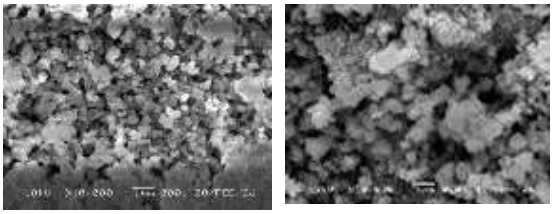
Selanjutnya, dilakukan analisis lebih lanjut untuk menentukan ukuran kristal dan persentase kristalinitas. Berdasarkan hasil yang diperoleh, ukuran kristalit hidroksiapatit sebesar 11,27 nm, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 sebesar 5,93 nm. Penurunan ukuran kristal pada komposit HAp/Fe_3O_4 diduga disebabkan karena keberadaan fasa Fe_3O_4 selama proses sintesis mempengaruhi pertumbuhan kristal hidroksiapatit, sehingga kristal yang terbentuk menjadi lebih kecil.

Penurunan ukuran kristalit ini juga sejalan dengan menurunnya persentase kristalinitas komposit. Semakin besar ukuran kristal, maka intensitas puncak pada sudut 2 theta juga tinggi dan menyebabkan meningkatnya persentase kristalinitas. HAp memiliki persentase kristalinitas sebesar 97,87%, sedangkan komposit HAp/ Fe_3O_4 sebesar 80,05%. Kristalinitas menunjukkan perbandingan antara fase kristalin dan fase amorf dalam suatu material. Semakin tinggi persentase kristalinitas, maka semakin tinggi tingkat keteraturan struktur kristal dan sifat mekanis material [9]. Persentase kristalinitas yang dihasilkan menunjukkan bahwa hidroksiapatit memiliki tingkat keteraturan struktur kristal yang lebih tinggi dibandingkan dengan komposit HAp/Fe_3O_4.

Karakterisasi

SEM

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengamati morfologi material, jumlah pori, ukuran pori, serta bentuk partikel hidroksiapatit dan komposit HAp/Fe_3O_4. Dalam analisis ini, digunakan perbesaran 10.000× untuk mengamati *detail* morfologi permukaan dan ukuran partikel yang tidak dapat dilihat dengan mikroskop cahaya. Hasil citra morfologi permukaan hidroksiapatit dan komposit HAp/Fe_3O_4 dapat dilihat pada **Gambar 8**.



(a) (b)

Gambar 8 Hasil karakterisasi SEM (a) HAp, (b) Komposit HAp/Fe_3O_4 pada perbesaran 10.000×

Hasil analisis menggunakan SEM menunjukkan adanya perbedaan morfologi antara HAp dan komposit HAp/Fe_3O_4 yang telah disintesis. Partikel HAp menunjukkan morfologi berupa partikel-partikel granular yang relatif seragam dengan ukuran yang lebih kecil dan distribusi yang homogen. Setelah dikompositkan dengan Fe_3O_4, terjadi perubahan morfologi yang terlihat dari terbentuknya agregat berukuran lebih besar dengan tingkat aglomerasi yang lebih tinggi dan permukaannya yang terlihat kasar serta padat. Perubahan morfologi yang terjadi setelah proses pengompositan mengindikasikan bahwa Fe_3O_4 telah berinteraksi dengan HAp. Namun, citra SEM juga menunjukkan terjadinya aglomerasi partikel yang lebih jelas, ditandai dengan terbentuknya gumpalan partikel berukuran besar setelah proses pengompositan. Peningkatan aglomerasi ini dipengaruhi oleh adanya Fe_3O_4 yang memiliki sifat magnetik, sehingga meningkatkan gaya tarik-menarik antar partikel akibat gaya *van der waals* dan menyebabkan jarak antar partikel semakin dekat. Semakin dekat jarak antar partikel, maka gaya *van der waals* akan semakin tinggi dan kecenderungan partikel beraglomerasi juga meningkat [10].

Selain itu, hasil analisis menggunakan SEM juga diolah menggunakan *software ImageJ* dan *Origin* untuk mengetahui ukuran partikel hidroksiapatit dan komposit HAp/Fe_3O_4. Berdasarkan analisis distribusi ukuran partikel menggunakan metode *fitting* log-normal, diperoleh ukuran partikel rata-rata HAp sebesar 278,185 nm dengan nilai polidispersitas 0,06%. Sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 memiliki ukuran partikel rata-rata sebesar 135,385 nm dengan nilai polidispersitas 0,12%. Hal tersebut menunjukkan, bahwa penambahan Fe_3O_4 menyebabkan terjadinya penurunan ukuran partikel rata-rata dibandingkan dengan Hap.

Perbandingan Adsorpsi Ion Logam Nikel(II)

Uji adsorpsi dilakukan dengan memasukkan adsorben HAp dan komposit HAp/ Fe_3O_4 ke dalam larutan ion logam nikel(II) untuk membandingkan kemampuan adsorpsi kedua adsorben tersebut. Pengujian adsorpsi dilakukan pada kondisi optimum adsorpsi komposit HAp/ Fe_3O_4 terhadap ion logam nikel(II), yaitu massa adsorben sebesar 0,05 gram, waktu kontak 120 menit, dan konsentrasi awal larutan logam nikel(II) 100 mg/L [12]. Konsentrasi ion logam nikel(II) sebelum dan sesudah adsorpsi ditentukan menggunakan AAS. Penentuan konsentrasi ion logam nikel(II) dalam sampel dilakukan dengan menggunakan AAS dilakukan pada panjang gelombang 232 nm yang merupakan panjang gelombang karakteristik untuk analisis nikel.

Proses adsorpsi ion logam nikel(II) oleh hidroksiapatit terjadi melalui beberapa mekanisme, yaitu pertukaran ion dan interaksi elektrostatik. Mekanisme utama yang terjadi adalah pertukaran ion antara ion Ni^{2+} dalam larutan dengan ion Ca^{2+} yang terdapat pada struktur kristal hidroksiapatit. Selain itu, gugus fosfat dan hidroksil (OH^-) yang bermuatan negatif pada permukaan hidroksiapatit juga berperan sebagai situs aktif yang dapat berinteraksi dengan ion Ni^{2+} bermuatan positif melalui interaksi elektrostatik [13]. Hal tersebut menyebabkan konsentrasi larutan ion logam nikel(II) mengalami penurunan.

Pada komposit HAp/ Fe_3O_4 proses adsorpsi juga melibatkan mekanisme yang sama seperti pada hidroksiapatit, yaitu pertukaran ion dan interaksi elektrostatik. Namun, keberadaan Fe_3O_4 memberikan situs aktif tambahan berupa gugus Fe-OH yang dapat berinteraksi dengan ion Ni^{2+} melalui mekanisme kompleksasi permukaan dan interaksi elektrostatik. Selain itu, Fe_3O_4 memberikan sifat magnetik pada adsorben, sehingga memudahkan proses pemisahan adsorben dari larutan setelah adsorpsi berlangsung.

Penambahan Fe_3O_4 pada hidroksiapatit bertujuan untuk menambah situs aktif adsorpsi yang dapat meningkatkan kapasitas dan efisiensi adsorpsi terhadap ion logam nikel(II). Berdasarkan hasil penelitian ini, menunjukkan bahwa kemampuan adsorpsi komposit HAp/Fe_3O_4 lebih rendah dibandingkan dengan hidroksiapatit tunggal. Kapasitas adsorpsi ion logam nikel(II) menggunakan adsorben HAp sebesar 42,30 mg/g dengan efisiensi 33,40%, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 menghasilkan kapasitas adsorpsi sebesar 40,09 mg/g dengan efisiensi 31,66%. Hasil ini menunjukkan bahwa modifikasi hidroksiapatit dengan penambahan Fe_3O_4 belum mampu meningkatkan kapasitas maupun efisiensi adsorpsi terhadap ion logam nikel(II) secara signifikan pada kondisi adsorpsi yang digunakan.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diperoleh, dapat diketahui bahwa adsorben HAp menunjukkan kinerja adsorpsi ion logam nikel (II) yang lebih baik dibandingkan dengan adsorben komposit HAp/Fe_3O_4. Komposit HAp/Fe_3O_4 tidak memiliki keunggulan yang signifikan terhadap peningkatan adsorpsi ion logam nikel(II). Hal ini dapat disebabkan karena interaksi antara ion logam nikel(II) dengan situs aktif Fe_3O_4 tidak sekuat interaksi yang terjadi pada gugus aktif HAp. Hasil karakterisasi SEM juga menunjukkan adanya peningkatan aglomerasi pada komposit HAp/ Fe_3O_4 yang dapat menurunkan luas permukaan adsorben. Namun, Fe_3O_4 juga memberikan keuntungan berupa sifat feromagnetiknya, sehingga memudahkan pemisahan adsorben setelah adsorpsi. Selain itu, dilakukan pula Independent-Sample T-Test (Uji T Sampel Independen) untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan dari dua rata-rata sampel tersebut. Berdasarkan uji T, diperoleh nilai T hitung sebesar 1,9387 dengan p-value 0,1246 (p>0,05) yang menunjukkan bahwa kapasitas dan efisiensi adsorpsi adsorben hidroksiapatit dan komposit HAp/ Fe_3O_4 tidak berbeda signifikan secara statistik. Hasil tersebut mengindikasikan bahwa penambahan Fe_3O_4 pada hidroksiapatit belum mampu memberikan peningkatan kapasitas dan efisiensi adsorpsi terhadap ion logam nikel(II). Hal ini dipengaruhi oleh karakteristik komposit yang terbentuk selama proses sintesis.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi dari hidroksiapatit (HAp) dan komposit HAp/Fe_3O_4 menunjukkan beberapa perbedaan, yaitu munculnya pita serapan H-O-H yang menunjukkan keberadaan air teradsorpsi pada komposit HAp/Fe_3O_4. HAp tunggal memiliki ukuran kristal lebih besar yaitu 11,27 nm, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 sebesar 5,93 nm. Persentase kristalinitas HAp tunggal sebesar 97,87%, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 sebesar 80,05%. Komposit HAp/Fe_3O_4 juga menunjukkan morfologi partikel yang lebih rapat dibandingkan dengan HAp tunggal.

Hidroksiapatit menunjukkan kapasitas dan efisiensi adsorpsi terhadap ion logam nikel (II) yang lebih tinggi dibandingkan dengan komposit HAp/Fe_3O_4. Kapasitas adsorpsi hidroksiapatit terhadap ion logam nikel(II) sebesar 42,30 mg/g dengan efisiensi adsorpsi 33,40%, sedangkan komposit HAp/Fe_3O_4 memiliki kapasitas sebesar 40,09 mg/g dengan efisiensi adsorpsi 31,66%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ibu Rizka Fitriyani S, S.Pd., M.Si. dan Ibu Vina Amalia S.Pd., M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan dukungan selama pelaksanaan penelitian hingga penyusunan artikel ilmiah ini.

REFERENSI

[1] A. Vahdat, B. Ghasemi, and M. Yousefpour, “Synthesis of hydroxyapatite and hydroxyapatite/Fe3O4 nanocomposite for removal of heavy metals,” *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.*, vol. 12, Dec. 2019, doi:10.1016/j.enmm.2019.100233

[2] D. Gogoi, A. G. Shanmugamani, S. V. S. Rao, T. Kumar, and P. K. Sinha, “Studies on removal of cobalt from an alkaline waste using synthetic calcium hydroxyapatite,” *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, vol. 298, no. 1, pp. 337–344, Oct. 2013, doi: 10.1007/s10967-012-23786
.

[3] P. Dasgupta, A. Singh, S. Adak, and K. M. Purohit, “Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Produced From Eggshell,” *International Symposium of Research Students on Materials Science and Engineering*, pp. 1–6, 2004.

[4] A. Haris, A. Fadli, and S. R. Yenti, “Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi menggunakan Metode Presipitasi dengan Variasi Rasio Ca/P dan Konsentrasi H 3 PO 4,” 2016.

[5] U. T. Santoso, A. B. Junaidi, C. Ariyanti, R. Oktari, P. Novitasari, and Hasanah, “Pengaruh Penyaringan dan Pengeringan Terhadap Ukuran Partikel Oksida Besi: Tinjauan Karakterisasi Kualitatif Menggunakan Mikroskop Optik,” *Jurnal Fisika FLUX*, vol. 1, p. 31, Feb. 2019, [Online].Available: https://ppjp.ulm.ac.id/journal/index.php/f/31

[6] Muliati, “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Tuna (Thunnus sp) dengan Metode Sol-Gel,” Universitas Islam Negeri Alauddin, Makassar, 2016.

[7] N. Salsabila, “Sintesis dan Karakterisasi Komposit HAp/Fe3O4 dari Tulang Kambing sebagai Adsorben Ion Logam Timbal(II),” Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Bandung, 2023.

[8] E. Fiume, G. Magnaterra, A. Rahdar, E. Verné, and F. Baino, “Hydroxyapatite for biomedical applications: A short overview,” Dec. 01, 2021, *MDPI*. doi: 10.3390/ceramics4040039.

[9] A. Monshi, M. R. Foroughi, and M. R. Monshi, “Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD,” World Journal of Nano Science and Engineering, vol. 02, pp. 154–160, 2012, doi: 10.4236/wjnse.2012.23020.

[10] A. N. Syahida, H. Sutanto, I. Alkian, F. D. D. Irianti, A. A. Wibowo, and P. Priyono, “Synthesized and characterization nanosized synthesis Fe3O4powder from natural iron sand,” in Journal of Physics: Conference Series, IOP Publishing Ltd, Jul. 2021. doi: 10.1088/1742-6596/1943/1/012013.

[11] X. Jin, X. Chen, Y. Cheng, L. Wang, B. Hu, and J. Tan, “Effects of hydrothermal temperature and time on hydrothermal synthesis of colloidal

hydroxyapatite nanorods in the presence of sodium citrate," J. Colloid Interface Sci., vol. 450, pp. 151–158, Jul. 2015, doi: 10.1016/j.jcis.2015.03.010.

[12] T. R. Rismayanti, "Sintesis Komposit Hidroksiapatit Magnetit (HAp/Magnetit) dari Tulang Sapi serta Optimasi Adsorpsi terhadap Ion Logam Cu(II) dan Ni(II)," Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Bandung, 2024.

[13] H. Ramadhan, "Sintesis Hidroksiapatit (HAp) dari Cangkang Telur Bebek (Anas Platyrhynchos Domesticus) sebagai Adsorben untuk Menurunkan Kadar Pb(II) dalam Air," Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Bandung, 2025.

Gunung Djati Conference Series,
Volume 69, Halaman 37-47
Seminar Nasional Nasional Kimia Tahun 2026
ISSN: 2774-6585