

SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG KEONG SAWAH(*Bellamya javanica*) DENGAN METODE SIMULTAN PRESIPITASI PENGADUKAN BERGANDA

**(Hydroxyapatite Synthesis from Garden Snail (*Bellamya javanica*) Using
Precipitation Double Stirring Simultaneous Method)**

Charlena^{1*}, Bambang Sugeng², Lestari Puji Astuti¹

Departemen Kimia FMIPA IPB, Bogor¹
PTBIN BATAN-PUSPITEK, Serpong²

*E-mail : charlena.ipb@gmail.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite (HAp) was synthesized using garden snail shell as basic calcium source ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) and $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ as phosphate source. The synthesis was conducted using precipitation double stirring simultaneous method in 4 and 6 hours, and various temperatures of 600, 800, 1000, and 1100 °C. The results were characterized using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM), and particle size analyzer (PSA). X-ray diffraction analysis showed that the HAp was not yet pure, as the presence of other phases such as CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, and CaO . The morphology analysis using SEM showed that the particles were granulars with rough surface and not uniform. The average size of particle from PSA of sample A4 was 254.60 nm, while the sample B4 was 226.46 nm. The longer the sonication time, the smaller the particle size.

Keywords: garden snail shell, hydroxyapatite, particle size analyzer, scanning electron microscope, X-ray diffraction

ABSTRAK

Hidroksiapatit (HAp) disintesis menggunakan bahan dasar cangkang keong sawah sebagai sumber kalsium ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber fosfat. Sintesis dilakukan dengan metode presipitasi pengadukan berganda dengan ragam waktu sonikasi 4 dan 6 jam serta ragam suhu 600, 800, 1000, dan 1100 °C. Hasil sintesis dicirikan menggunakan difraksi sinar-X (XRD), mikroskop elektron payaran (SEM), dan penganalisis ukuran partikel (PSA). Hasil analisis difraksi sinar-X menunjukkan bahwa HAp yang terbentuk belum murni, karena terdapat fase lain seperti CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, dan CaO . Analisis morfologi menggunakan SEM menunjukkan bentuk partikel berupa granular-granular dengan permukaan kasar dan tidak seragam. Ukuran rerata partikel hasil PSA sampel A4 adalah 254.60 nm sedangkan ukuran sampel B4 adalah 226.46 nm. Semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel semakin kecil.

Kata kunci: Cangkang keong sawah, hidroksiapatit, metode presipitasi, pengadukan berganda.

1. PENDAHULUAN

Kerusakan tulang dapat diperbaiki dengan implantasi. Implan tulang ke dalam tubuh manusia dapat menggunakan berbagai material sintetik salah satunya adalah Hidroksiapatit (HAp). Hidroksiapatit merupakan mineral apatit yang memiliki rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dan juga merupakan senyawa kalsium fosfat dengan rasio Ca/P sekitar

1,67. Struktur kristal dari HAp adalah heksagonal dengan parameter kisi $a = b = 9,4225 \text{ \AA}$ dan $c = 6,8850 \text{ \AA}$ [1]. Hidroksiapatit memiliki kesamaan komposisi kimia dengan jaringan tulang asli dan dapat digunakan sebagai pelapis tulang buatan yang dimasukkan ke dalam tubuh manusia. Kesamaan karakter HAp dengan jaringan tulang mendorong beberapa peneliti untuk mengembangkannya sebagai material dalam implantasi biomedis untuk jaringan tulang. Syarat medis yang harus dipenuhi oleh senyawa mineral yang akan diimplankan ke tulang adalah bioaktif, biokompatibel, dan tidak beracun [2].

Pembuatan HAp dibutuhkan prekursor sebagai sumber kalsium. Saat ini sedang dikembangkan pembuatan HAp dari bahan alam sebagai prekursor. Bahan alam yang mulai dikembangkan yaitu tulang ikan, cangkang kerang, cangkang siput dan cangkang telur. Sumber kalsium yang digunakan pada penelitian ini adalah cangkang keong sawah (*Bellamya javanica*). Cangkang keong sawah merupakan limbah dari konsumsi daging keong sawah dan belum memiliki pemanfaatan secara komersial. Limbah ini kaya akan berbagai mineral termasuk kalsium [3].

Sintesis HAp dapat dilakukan dengan cara metode basah dan metode kering. Metode basah ada tiga jenis, yaitu metode presipitasi, hidrotermal, dan hidrolisis [4]. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis HAp dengan metode presipitasi pengadukan berganda. Metode tersebut termasuk ke dalam metode basah. Keuntungan menggunakan metode basah ini diantaranya hasil samping sintesisnya berupa air, biaya pengolahan rendah, mudah dilakukan dan proses pengerjaannya cepat. Metode ini terdiri dari pengaduk magnet dan sonikasi oleh gelombang ultrasonik. Penggunaan pengaduk magnet dan sonikasi adalah untuk menghasilkan campuran yang homogen. Menurut Triani 2011 [5], Penggunaan metode sonikasi cukup efektif dalam mengecilkan ukuran partikel. Penelitian ini bertujuan menyintesis Hap dari cangkang keong sawah (*Bellamya javanica*) dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan metode simultan presipitasi pengadukan berganda serta menentukan fase, morfologi, dan ukuran partikel dari Hap.

2. METODE PENELITIAN

Sintesis Hap pada penelitian ini dilakukan dengan metode simultan presipitasi pengadukan berganda. Tahapan penelitian ini terdiri atas (1) kalsinasi dan konversi serbuk cangkang keong sawah, (2) penentuan kadar kalsium dalam serbuk cangkang keong sawah dengan menggunakan AAS, (3) sintesis Hap dengan metode presipitasi pengadukan berganda, serta (4) pencirian Hap dengan difraksi sinar-X (XRD), mikroskop elektron payaran (SEM), dan penganalisis ukuran partikel (PSA).

2.1 Kalsinasi dan Konversi Serbuk Cangkang Keong Sawah

Serbuk cangkang keong sawah dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui fase CaCO_3 yang terkandung di dalamnya. Tahap berikutnya, serbuk cangkang dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 2 jam untuk menghasilkan senyawa CaO . Selanjutnya senyawa CaO dikonversi menjadi Ca(OH)_2 , dengan cara dibiarkan kontak dengan udara selama 1 minggu pada suhu kamar. Untuk memastikan terbentuknya Ca(OH)_2 , dilakukan analisis dengan XRD.

2.2 Sintesis HAp dengan Metode Presipitasi Pengadukan Berganda

Suspensi Ca(OH)_2 0.5 M dibuat dengan cara menimbang 18.5195 g serbuk cangkang keong sawah Ca(OH)_2 hasil kalsinasi dan ditambahkan 500 mL air bebas ion. Larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 0.3 M di buat dengan cara menimbang 19.7982 g serbuk $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dan ditambahkan 500 mL air bebas ion. Kedua larutan dicampurkan dengan cara meneteskan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 0.3 M secara perlahan-lahan ke dalam larutan Ca(OH)_2 0.5 M. Larutan tersebut disonikasi dengan menggunakan sonikator (ultrasonik) disertai dengan pengadukan menggunakan pengaduk magnet dengan ragam waktu 4 dan 6 jam. Pada sintesis ini pH di monitor. Campuran kemudian didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar. Selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 4500 rpm selama 15 menit. Endapan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 100°C selama 3 jam. Setelah kering, endapan ditumbuk halus lalu dipanaskan pada suhu 600°C , 800°C , 1000°C , dan 1100°C selama 3 jam. Perlakuan sampel pada proses pengadukan dan *sintering* disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1 Ragam suhu *sintering* dan waktu sintesis yang digunakan

Sampel	Suhu Sintering ($^\circ\text{C}$)	Waktu Sonikasi (jam)
A1	600	4
A2	800	4
A3	1000	4
A4	1100	4
B1	600	6
B2	800	6
B3	1000	6
B4	1100	6

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Kalsinasi dan Konversi Serbuk Cangkang Keong Sawah

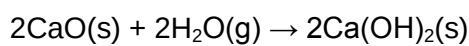
Keong sawah (marga Bellamya) termasuk dalam kelompok Operculata yang hidup di perairan dangkal. Cangkang keong sawah merupakan limbah dari konsumsi daging keong sawah dan belum memiliki pemanfaatan secara komersial. Limbah ini kaya akan berbagai mineral termasuk kalsium [3]. Cangkang keong sawah yang digunakan untuk bahan baku sintesis berasal dari Pasar Bogor. Analisis kadar kalsium yang diperoleh

sebesar 67.80%. Hasil tersebut lebih tinggi dibandingkan dengan kadar kalsium yang terkandung di dalam cangkang kerang, yaitu sebesar 44.39% [6] dan cangkang telur, yaitu sebesar 40.48% [7]. Kandungan kalsium yang tinggi merupakan bahan baku utama dalam sintesis Hap, sehingga cangkang keong sawah dapat digunakan sebagai sumber kalsium untuk sintesis Hap.

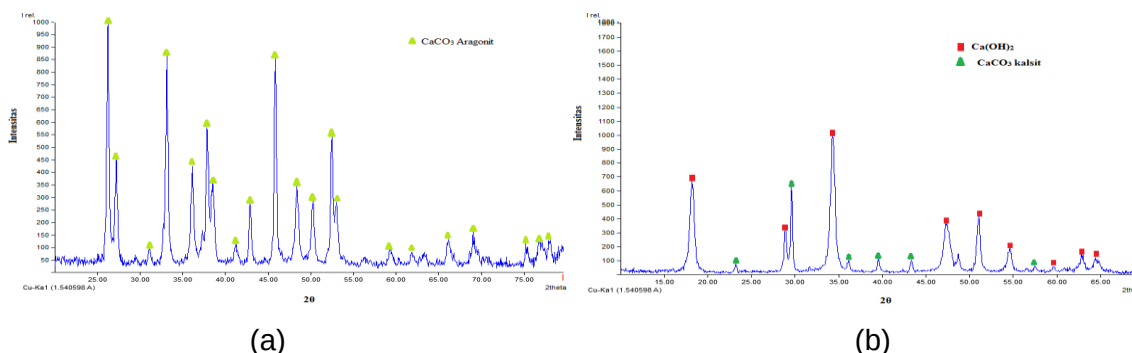
Kalsium yang diperoleh dari cangkang keong sawah berupa CaCO_3 (kalsiumkarbonat). Kalsium karbonat selanjutnya diubah menjadi CaO melalui proses kalsinasi pada suhu 1000°C selama 2 jam. Proses kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan organik seperti karbonat. Kalsium karbonat jika dipanaskan akan membentuk CaO dan CO_2 . Adapun reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi adalah sebagai berikut:



Tahap selanjutnya, CaO akan dikonversi menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$. CaO yang terbentuk dibiarkan di udara terbuka pada suhu ruang selama 1 minggu. Tujuan perubahan CaO menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ adalah sebagai sumber kalsium. Proses perubahan CaO menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ terjadi karena adanya reaksi hidrasi CaO dengan uap air secara spontan. Adapun reaksi yang terjadi pada proses hidrasi adalah sebagai berikut:



Difraktogram sinar-X cangkang keong sawah sebelum dan sesudah kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Difraktogram sinar-X sampel cangkang keong sawah (a) sebelum kalsinasi (b) setelah kalsinasi 1000°C dan didiamkan selama 1 minggu pada suhu kamar.

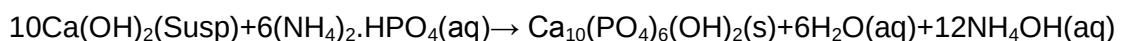
Berdasarkan pola difraksi sinar-X sampel cangkang keong sawah sebelum kalsinasi, pola difraksi yang dihasilkan menunjukkan fase CaCO_3 dengan intensitas tinggi terdapat pada nilai 2θ : 26.09° , 33.00° , dan 45.69° . Nilai 2θ ini dicocokkan dengan data JCPDS untuk CaCO_3 yaitu 26.213° , 33.128° , dan 45.853° . Berdasarkan hasil analisis difraksi sinar-X dapat diketahui bahwa CaCO_3 merupakan mineral aragonit. Difraktogram sinar-X pada cangkang keong sawah setelah kalsinasi 1000°C menunjukkan adanya perubahan jenis

mineral dari CaCO_3 menjadi CaO . Serbuk CaO kemudian berubah menjadi Ca(OH)_2 setelah dibiarkan kontak dengan udara selama 1 minggu [8].

Hasil analisis difraksi sinar-X pada sampel cangkang keong sawah setelah kalsinasi menunjukkan adanya fase Ca(OH)_2 dan CaCO_3 dalam bentuk mineral kalsit. Pemanasan serbuk cangkang keong sawah pada suhu 1000°C selama 2 jam mengakibatkan fase CaCO_3 aragonit berubah menjadi fase CaCO_3 kalsit. Hal tersebut terjadi karena aragonit merupakan bentuk kalsium karbonat yang tidak stabil, Akibat pemanasan yang tinggi struktur aragonit menjadi stabil dan berubah menjadi kalsit. Fase Ca(OH)_2 diperoleh intensitas tinggi pada nilai 2θ : 18.16° , 34.23° dan 51.04° . Terdapat pula puncak dengan intensitas rendah milik CaCO_3 kalsit pada sudut 2θ : 29.56° . Munculnya fase CaCO_3 setelah kalsinasi menunjukkan bahwa konversi CaCO_3 menjadi Ca(OH)_2 belum sempurna.

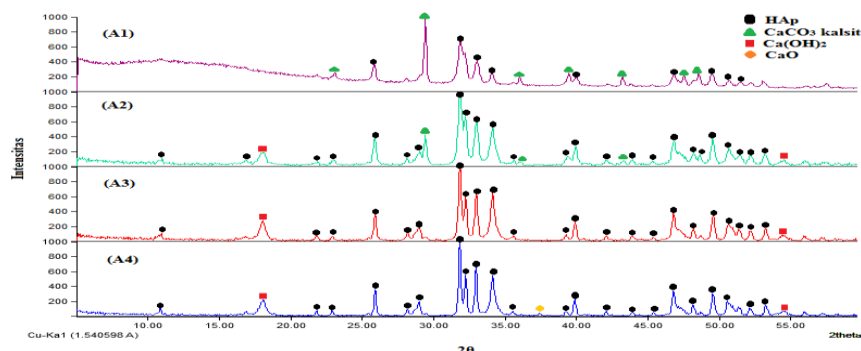
3.2 Sintesis Hidroksiapatit

Sintesis HAp membutuhkan sumber kalsium dan sumber fosfat. Sintesis HAp dilakukan dengan metode simultan presipitasi pengadukan berganda. Kelebihan dari metode ini adalah dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat kristal berukuran kecil hingga berskala nano. Metode ini terdiri dari pengaduk magnet dan sonikasi oleh gelombang ultrasonik. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan sumber kalsium yang berasal dari Ca(OH)_2 serbuk cangkang keong sawah dan sumber fosfatnya menggunakan senyawa $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Jumlah komposisi Ca(OH)_2 dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ditentukan berdasarkan hasil perhitungan stokiometri sehingga menghasilkan rasio konsentrasi Ca/P sebesar 1.67. Adapun reaksi pembentukan HAp sebagai berikut:



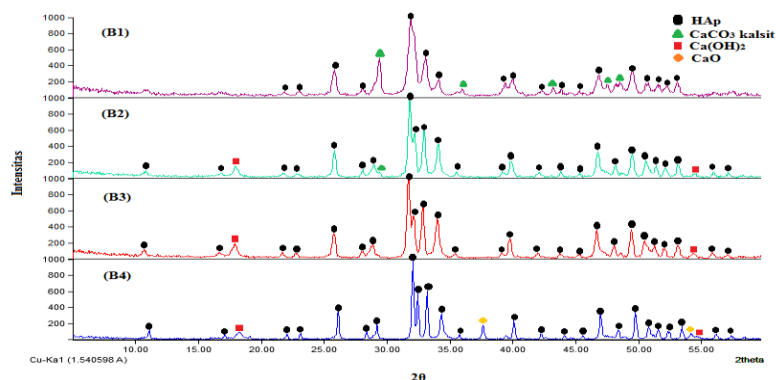
3.3 Analisis Fase, Morfologi, dan Ukuran Partikel Analisis Fase (XRD)

Analisis dengan XRD bertujuan untuk mengetahui fase yang terbentuk dari sampel akibat pengaruh ragam sonikasi dan suhu *sintering*. XRD dapat memberi informasi secara umum, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Hasil analisis sampel A1 sampai A4 ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2 Difraktogram sinar-X HAp dengan sonikasi 4 jam pada berbagai suhu *sintering* (A1) 600°C , (A2) 800°C , (A3) 1000°C , (A4) 1100°C

Hasil XRD menunjukkan bahwa masing-masing sampel mayoritas hadir dalam bentuk HAp. Sampel A1 menunjukkan bahwa masih terdapat banyak pengotor yaitu CaCO_3 dari serbuk cangkang keong sawah yang belum bereaksi sempurna dengan senyawa fosfat, sehingga intensitas puncak yang terbentuk bukan murni dari HAp melainkan dari CaCO_3 . Pola difraksi XRD sampel A2 menunjukkan bahwa fase yang terbentuk adalah Hap, Ca(OH)_2 , dan CaCO_3 . Namun Fase Hap yang terbentuk lebih dominan dibanding dengan fase Ca(OH)_2 dan CaCO_3 . Fase Ca(OH)_2 yang terbentuk ditunjukkan pada sudut 18.01° sedangkan CaCO_3 pada sudut 29.39° . Sampel A3 menunjukkan bahwa puncak tertinggi sudut 31.81° adalah fase Hap. Secara keseluruhan puncak difraktogram sinar-X Hap sampel A3 didominasi oleh Hap tetapi masih terdapat fase lain, yaitu Ca(OH)_2 pada sudut 18.03° . Difraktogram sinar-X sampel A4 menunjukkan bahwa puncak tertinggi sudut 31.80° adalah milik Hap, namun masih terdapat fase lain seperti Ca(OH)_2 pada sudut 18.04° dan CaO pada sudut 37.39° . Selain disonikasi selama 4 jam, sampel disonikasi selama 6 jam dengan suhu yang sama. Hasil analisis XRD sampel B1 sampai B4 disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3 Difraktogram sinar-X Hap dengan sonikasi 6 jam pada berbagai suhu *sintering* (B1) 600°C , (B2) 800°C , (B3) 1000°C , (B4) 1100°C

Difraktogram sinar-X sampel B1 menunjukkan bahwa puncak tertinggi pada sudut 31.86° ialah fase HAp. Sampel B2 menunjukkan adanya dominasi HAp dengan puncak tertinggi pada sudut 31.79° , namun masih terdapat beberapa fase lain, yaitu fase Ca(OH)_2 dan CaCO_3 . Sampel B3 menunjukkan bahwa puncak tertinggi sudut 31.69° adalah fase HAp. Secara keseluruhan puncak difraktogram sinar-X Hap sampel B3 didominasi oleh Hap tetapi masih terdapat fase lain yaitu Ca(OH)_2 . Difraktogram sinar-X sampel B4 menunjukkan bahwa puncak tertinggi sudut 32.03° adalah milik Hap, namun masih terdapat fase lain seperti Ca(OH)_2 pada sudut 18.22° dan CaO pada sudut 37.59° . Semakin tinggi suhu, kristalinitas semakin meningkat, hal ini ditunjukkan dengan semakin sempit lebar setengah puncak. Kristalinitas meningkat disebabkan oleh semakin teratur susunan atom dalam bahan tersebut [9]. Penentuan fase ini dilakukan dengan merujuk

pada data *Joint Commite on Power Diffraction Standards* (JCPDS). Secara umum, hasil sintesis Hap dengan metode simultan presipitasi pengadukan berganda dapat menghasilkan Hap yang dominan, meskipun masih terbentuk fase lain selain Hap. Selain analisis XRD, untuk melengkapi data dari Hap dapat dilihat dari parameter kisi. Struktur unit kristal Hap berbentuk heksagonal dengan parameter kisi $a = b = 9.418\text{\AA}$ dan $C = 6884\text{ \AA}$. Berdasarkan hasil perhitungan Tabel 2 menunjukkan tingginya presentase ketepatan parameter kisi yakni diatas 90% dari setiap sampel. Tinggi ketepatan parameter kisi dari setiap sampel menunjukkan bahwa fase yang terkandung dalam sampel pada umumnya adalah HAP.

Tabel 2. Parameter Kisi HAP.

Sampel	a (Å)	Ketepatan (%)	c (Å)	Ketepatan (%)
A1	9.3875	99.67	6.8963	99.82
A2	9.3967	99.77	6.8841	99.99
A3	9.4043	99.85	6.8794	99.93
A4	9.4102	99.91	6.8785	99.92
B1	9.3766	99.56	6.8934	99.86
B2	9.3954	99.76	6.8825	99.97
B3	9.4034	99.84	6.8756	99.87
B4	9.4194	99.98	6.8756	99.95

Hasil analisis kuantitatif XRD disajikan pada Tabel 3. Analisis ini menggunakan *Software Powder cell* dan perhitungan dengan metode perbandingan langsung. Pada sonikasi 4 jam diperoleh persentase berat Hap untuk sampel A1 sampai A4 adalah 66.81, 75.06, 79.87, dan 83.36 %. Semakin tinggi suhu maka Hap yang terbentuk semakin banyak. Hal tersebut disebabkan karena susunan atom semakin teratur sehingga semakin banyak kristal yang terbentuk. Berbeda dengan lama sonikasi 6 jam, diperoleh persentase berat Hap untuk sampel B1 sampai B4 adalah 84.70, 89.71, 87.59, dan 87.15 %. Hap yang terbentuk dari sonikasi 4 jam lebih sedikit dibandingkan dengan sonikasi 6 jam karena lama sonikasi berpengaruh terhadap tingkat kavitas dalam cairan. Dengan waktu sonikasi 4 jam, maka jumlah gelembung kavitas yang terbentuk hanya sedikit karena waktu partikel kontak dengan *micro bubbles* yang terlalu singkat, sehingga senyawa $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ yang diteteskan ke larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ belum bereaksi sempurna dan homogen.

Secara keseluruhan difraktogram hasil analisis sintesis Hap menunjukkan terbentuknya fase Hap. Munculnya fase lain menyebabkan menurunnya kemurnian dari Hap. Senyawa CaCO_3 muncul pada suhu 600 dan 800 °C . Senyawa CaCO_3 terbentuk diduga pada saat proses pencampuran antara kalsium dengan fosfat, CO_2 dari udara masuk dan bereaksi dengan CaO , Serta proses penyimpanan yang tidak terkontrol. Ion karbonat dapat dieliminasi dengan penyimpanan serbuk cangkang keong sawah setelah pemanasan pada wadah tertutup. Ketika suhu dinaikkan menjadi 1000 °C senyawa

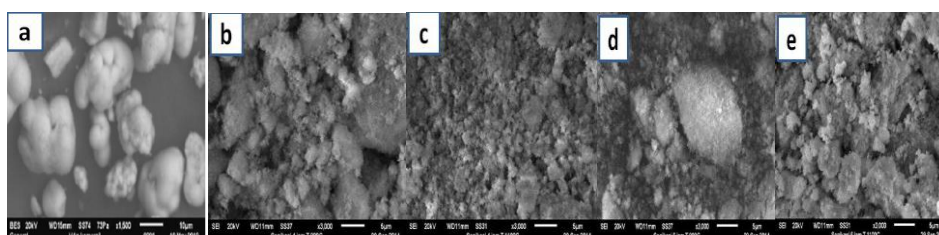
CaCO_3 hilang dan muncul senyawa Ca(OH)_2 . Hal tersebut diperkirakan karena CaCO_3 bereaksi dengan H_2O . Munculnya senyawa CaO pada suhu 1100°C diperkirakan karena ada sebagian Ca(OH)_2 terurai menjadi CaO akibat suhu dinaikkan. Keberadaan CaO tidak membahayakan tubuh karena senyawa ini sering digunakan dalam bidang farmasi [10].

Tabel 3 Analisis kuantitatif XRD pada berbagai sampel dengan ragam suhu *sintering* dan waktu sintesis

Waktu Sonikasi	Suhu sintering	Sampel	HAp (%)	CaCO_3 (%)	Ca(OH)_2 (%)	CaO (%)
4 jam	600	A1	66.81	33.19	-	-
	800	A2	75.06	10.90	14.04	-
	1000	A3	79.87	-	20.13	-
	1100	A4	83.36	-	15.17	1.47
6 jam	600	B1	84.70	15.30	-	-
	800	B2	89.71	1.05	9.14	-
	1000	B3	87.59	-	12.41	-
	1100	B4	87.12	-	7.15	5.73

3.4 Analisis Morfologi (SEM)

Selain dicirikan dengan menggunakan XRD untuk identifikasi fase kristal, sampel juga dicirikan dengan menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi HAp. Morfologi HAp dapat dilihat berdasarkan bentuk partikel, ukuran pori, dan distribusi pori [11]. Sampel yang digunakan untuk karakterisasi menggunakan SEM adalah sampel A2 dan A4 yaitu sampel yang disonikasikan selama 4 jam dan dipanaskan pada suhu 800°C dan 1100°C serta sampel B2 dan B4 yang disonikasi selama 6 jam dan dipanaskan pada suhu 800°C dan 1100°C . Hasil analisis HAp komersil dan HAp sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4 Hasil analisis SEM HAp komersil pembesaran $1500\times$ (a) dan sampel pada pembesaran $3000\times$ (b) A2, (c) A4, (d) B2, dan (e) B4.

Gambar 4a merupakan hasil SEM HAp komersil pada pembesaran $1500\times$. Gambar tersebut menunjukkan bentuk partikel terdiri dari granular-granular yang membentuk suatu agregat. Ukuran granular tidak merata, dan memiliki struktur yang halus [6]. Perbedaan morfologi ditunjukkan oleh HAp hasil sintesis dengan pembesaran $3000\times$. Sampel A2 memperlihatkan bahwa bentuk partikel yang dihasilkan berupa granular-granular dengan permukaan kasar dan tidak seragam yaitu ada yang berukuran kecil dan masih banyak yang berukuran besar. Sampel A4 memiliki bentuk partikel dengan granular lebih seragam dan berukuran kecil dibandingkan dengan sampel A2. Semakin tinggi suhu

maka bentuk granular lebih seragam. Hasil analisis sampel B2 dan B4 tidak berbeda jauh dengan sampel A2 dan A4 namun semakin lama sonikasi maka semakin berkurang tingkat aglomerasi partikel. Perlakuan sonikasi dengan gelombang ultrasonic menyebabkan terpecahnya ikatan kimia Hap sehingga ukurannya menjadi lebih kecil [12].

3.5 Analisis Ukuran Partikel (PSA)

Analisis ukuran partikel dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel Hap yang dihasilkan dari proses sonikasi. Analisis ukuran partikel dilakukan menggunakan PSA. Partikel didispersikan ke dalam media cair sehingga partikel tidak saling beraglomerasi. Ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Data ukuran partikel yang didapatkan berupa tiga distribusi yaitu *intensity*, *number*, dan *volume distribution*. Sehingga dapat diasumsikan menggambarkan keseluruhan kondisi sampel [13]. Sampel yang di uji merupakan sampel terbaik dari hasil analisis SEM yaitu sampel A4 dan B4. Berdasarkan Hasil pengujian, diperoleh ukuran rerata partikel Hap untuk sampel A4 adalah 254.60 nm sedangkan untuk sampel B4 adalah 226.46 nm. Ukuran partikel sampel B4 lebih kecil dibandingkan dengan sampel A4 karena adanya pengaruh lama sonikasi terhadap ukuran partikel. Bertambahnya waktu sonikasi mengakibatkan semakin lama kontak partikel dengan *micro bubbles* yang diakibatkan oleh peristiwa kavitasi. Hal ini menyebabkan semakin kecil ukuran partikel yang didapatkan dengan semakin lamanya sonikasi. Hasil yang didapatkan dari penelitian ini belum berukuran nanopartikel karena ukurannya masih diatas 100 nm. Nanopartikel adalah partikel yang berukuran 10-1000 nm [14]. Menurut Greener, 2009 [15], nanopartikel umumnya digunakan ketika mengacu pada bahan-bahan dengan ukuran 1-100 nm. Hal tersebut dikarenakan tidak dilakukan proses penggilingan serbuk menggunakan *milling*. Sintesis nano material dapat dilakukan secara *top down*. *Top down* merupakan pembuatan struktur nano dengan memperkecil ukuran material dengan proses penggilingan menggunakan *milling* [16].

4. KESIMPULAN

Hap dapat disintesis dari limbah cangkang keong sawah dengan metode simultan presipitasi pengadukan berganda. Sintesis Hap dengan metode simultan presipitasi pengadukan berganda mampu menghasilkan Hap meskipun belum murni. Hal ini ditunjukkan dengan terbentuknya fase lain seperti CaCO_3 , Ca(OH)_2 , dan CaO . Hasil morfologi menggunakan SEM menunjukkan bahwa bentuk partikel yang dihasilkan berupa granular-granular dengan permukaan kasar dan tidak seragam. Semakin lama waktu sonikasi ukuran partikel semakin kecil.

5. PUSTAKA

- [1] Manafi AM, Joughehdoust S. Synthesis of Hydroxyapatite Nanostructure by hydrothermal condition for biomedical application. *Iranian J Pharmac Sci.* 2009; 5(2):89-94.
- [2] Dahlan K, Prasetyanti F, Sari YW. Sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur menggunakan metode kering. *Biofisika.* 2009; 5(2):71-78.
- [3] Baby RL, Hasan I, Kabir KA, Naser MN. Nutrient analysis of some commercially important molluscs of Bangladesh. *J Sci Res.* 2010; 2(2):390–396.
- [4] Pankaew P, Hoonnivathana E, Limsuwan P, Naemchanthara K. Temperature effect on calcium phosphate synthesized from chicken eggshells and ammonium phosphate. *J Applied Sci.* 2010; 10(24):3337-3342.
- [5] Triani SUD. Pengaruh Waktu Sonikasi dan Amplitudo Gelombang Ultrasonik Terhadap Stabilitas Suspensi dan Mutu Sari Kacang Hijau. [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor; 2011.
- [6] Trianita VN. Sintesis HAp berpori dengan porogen polivinil alkohol dan pati [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor; 2012.
- [7] Prihantoko DA. Karakterisasi paduan CoCrMo dengan pelapisan titanium nitride dan HAp-kitosan [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor; 2011.
- [8] Santos MH, de Oliveira M, Souzal PF, Mansur HS, Vasconcelos WL. Synthesis control and characterization of hydroxyapatite prepared by wet precipitation process. *Mater Res.* 2004; 7(4): 625-630.
- [9] Purnama EF, Nikmatin S, Langenati R. Pengaruh suhu reaksi terhadap derajat kristalinitas dan komposisi HAp dibuat dengan media cairan tubuh buatan (*synthetic body fluid*). *Sains Materi Indonesia.* 2006; 97-102.
- [10] Murakami FS, Rogrigues PO, Campos CMT de, Silva MAS. Physicochemical study of CaCO_3 from egg shells. *Cienc Technol Aliment Campinas.* 2007; 27(3):658-662.
- [11] Sopyan I, Mel M, Ramesh S, Khalid KA. Porous hydroxyapatite for artificial bone application. *Sci Technol Adva Mat.* 2007; 8:116-123.
- [12] Handayani IS. Sintesis HAp dari cangkang kerang hijau dengan metode double stirring simultan [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor; 2013.
- [13] Nikmatin S, Purwanto S, Maddu A. Analisis struktur selulosa kulit rotan sebagai *filler* bionanokomposit dengan difraksi sinar-X. *Sains Materi Ind.* 2010; 13(2):97-102.
- [14] Mohanraj VJ, Chen Y. Nanoparticel-A Review. *Trop J Pham Res.* 2006;5:561- 573.
- [15] Greener R. Current and projected of nanotechnology in the food sector. *J Nutrire.* 2009; 34:243-260.
- [16] Lekahena V, Faridah DN, Syarief R, Peranginangin R. Karakterisasi fisiokimia nanokalsium hasil ekstraksi tulang ikan nila menggunakan larutan basa dan asam. *J Teknol Indus Pangan.* 2014; 22(1):57-64.