

SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT (HAp) DARI CANGKANG KERANG ALE-ALE MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI *DOUBLE STIRRING*

Ida Ayu Suci^{1*}, Yulius Dala Ngapa²

^{1*} Program Studi Agroteknologi, Fakultas Pertanian – Universitas Panca Bhakti
Jl. Kom Yos Sudarso Pontianak - Kalimantan Barat, Indonesia, 78244

² Program Studi Pendidikan Fisika, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan - Universitas Flores,
Jl. Sam Ratulangi Ende-Flores, Indonesia, 86319
idaayusuci@upb.ac.id

ABSTRAK: Kerang ale-ale (*Meretrix meretrix*) merupakan sumber daya alam potensial di Kabupaten Ketapang Provinsi Kalimantan Barat. Penangkapan kerang ale-ale yang berlangsung sepanjang tahun menghasilkan dampak negatif berupa limbah cangkang yang belum dikelola secara maksimal. Cangkang kerang ale-ale memiliki kandungan kalsium tinggi yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai prekursor kalsium dalam sintesis hidroksiapatit (HAp). Penelitian ini bertujuan memanfaatkan cangkang kerang ale-ale sebagai prekursor Ca untuk menyintesis HAp, melakukan sintesis HAp dari cangkang kerang ale-ale, dan melakukan karakterisasinya. Analisis serbuk cangkang kerang ale-ale menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) menunjukkan kandungan kalsium dalam cangkang sebesar 68.04%. Hasil sintesis dengan metode presipitasi *double stirring* menunjukkan HAp yang diperoleh merupakan fasa tunggal HAp dengan derajat kristalinitas sebesar 90.12% dengan ukuran kristal rata-rata sebesar 41,08 nm. Hasil analisa SEM pada hidroksiapatit menunjukkan partikel berbentuk bola dengan ukuran sekitar 65 nm dan ukuran rata-rata pori yang homogen.

Kata kunci: cangkang kerang ale-ale (*Meretrix meretrix*), hidroksiapatit, metode presipitasi *double stirring*

ABSTRACT: Ale-ale clamshell (*Meretrix meretrix*) is a potential natural resource of Ketapang Regency of West Kalimantan. The ale-ale fishing activities in this region take place throughout the year resulting the negative impact in the form of clamshell waste that has not yet been optimally managed. The ale-ale clamshell contains high calcium content which has the potency to be used as a precursor of calcium in synthesis of hydroxyapatite (HAp). This study aimed to utilize the waste of the ale-ale clamshells as a precursor of calcium in synthesizing of HAp, to synthesize of HAp from ale-ale clamshell, and to carry out the characterizations. Analysis of calcium content by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) showed that ale-ale clamshell was 68.04% (by weight). The double-stirring precipitation method synthesized HAp confirmed the formation of single phase of HAp with crystalinity degree and average crystal size of 90.12% and 41.08 nm, respectively. The SEM data showed that the HAp has spherical in morphology with around 65 nm in size and homogen average porous size.

Keywords: ale-ale (*Meretrix meretrix*) clamshell, hydroxyapatite, double-stirring precipitation method

1. PENDAHULUAN

Beberapa tahun belakangan ini peristiwa kecelakaan lalu lintas telah

sampai pada tahap yang memprihatinkan. Dalam rentang waktu 3 tahun menunjukkan bahwa kejadian tersebut telah mencapai

109.038 kasus. Sebanyak 64.38% kecelakaan mengakibatkan terjadinya cacat atau kerusakan tulang pada korban [1]. Strategi penyembuhan cacat atau kerusakan tulang dapat dilakukan dengan pemanfaatan tulang implan. Terdapat dua metode pengobatan dalam perbaikan kerusakan tulang dan jaringan, yaitu transplantasi dan implantasi. Transplantasi adalah substitusi jaringan tubuh dengan menggunakan sel hidup, sedangkan implantasi menggunakan material sintetik yang kompatibel dengan jaringan tubuh [2].

Secara klinis kedua strategi pengobatan memiliki kelebihan dan kekurangannya masing-masing. Hal inilah yang mendorong perkembangan penelitian tentang material maju untuk mencari bahan pengganti tulang dari bahan alami. Material atau substansi yang dapat digunakan sebagai peralatan medis dan mampu berinteraksi dengan jaringan tubuh disebut biomaterial. Biomaterial yang digunakan haruslah bersifat biodegradabel, biokompatibel, hidrofilik, non toksik, dan memiliki sifat anti mikroba.

Kabupaten Ketapang yang terletak di Provinsi Kalimantan Barat merupakan salah satu kabupaten yang terkenal sebagai penghasil kerang ale-ale. Produksi kerang ale-ale (*Meretrix meretrix*) terus mengalami peningkatan dan berlangsung sepanjang tahun. Kebanyakan daging kerang ale-ale di wilayah ini digunakan sebagai kuliner dan limbah cangkangnya belum dimanfaatkan dengan maksimal. Pemanfaatan cangkang kerang sampai saat ini hanya sebatas sebagai bahan kerajinan tangan, padahal cangkang kerang memiliki komposisi kalsium karbonat tinggi [3]. Melihat banyaknya jumlah cangkang kerang yang dihasilkan, maka dibutuhkan suatu upaya untuk menanganinya sehingga memiliki nilai ekonomis. *Meretrix meretrix* diketahui memiliki kandungan kalsium yang tinggi yaitu 98.81% [4]. Dengan demikian, solusi untuk meningkatkan manfaat sumber daya kerang ale-ale secara optimal dengan memperhatikan aspek jangka panjang adalah dengan mengolah limbah tersebut

sebagai bahan baku alami prekursor kalsium dalam sintesis hidroksiapatit [5].

Hidroksiapatit, HAp $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ memiliki kemiripan dengan komponen mineral anorganik tulang dan gigi karena sekitar 65% mineral anorganik tulang tersusun atas HAp. Studi HAp terus dikembangkan karena kebutuhan akan biomaterial ini sangat tinggi terutama dalam bidang kedokteran ortopedi, misalnya untuk pengobatan tulang, baik perbaikan pada tulang yang retak maupun patah tulang [6]. HAp bersifat biokompatibel sehingga dapat meningkatkan biokompatibilitas implan logam dan meningkatkan ketahanan korosi dari implan logam dengan mengurangi lepasnya ion logam. Selain bersifat biokompatibel, HAp juga bersifat bioaktif yaitu dapat bertindak sebagai tempat pertumbuhan jaringan tulang yang baru [7].

Penelitian tentang HAp sudah banyak dilakukan karena aplikasinya sebagai biomaterial, katalis, pertukaran ion, konduktor ion oksidasi, dan material *luminescent*. Berbagai teknik telah dikembangkan untuk sintesis HAp diantaranya adalah metode kering, metode basah, reaksi hidrotermal, dan sol gel [8]. Berbagai sumber bahan dasar sintesis HAp telah digunakan diantaranya sumber Ca berasal dari tulang manusia, tulang sapi, batu gamping, cangkang kerang, dan telur. Kelebihan utama dari metode basah adalah hasil samping sintesisnya berupa air sehingga kemungkinan kontaminasi selama proses sangat rendah dan biaya prosesnya rendah [9]. Metode presipitasi yang dipilih pada penelitian ini merupakan metode sintesis HAp memiliki kelebihan di antaranya kontrol komposisi dan karakter fisik HAp yang lebih baik serta mudah diaplikasikan [10]. Metode presipitasi sintesis HAp dilakukan dengan cara menitrasi larutan yang mengandung Ca dengan larutan yang mengandung P. Metode presipitasi *double stirring* (teknik pengadukan magnetik dan ultrasonik) memainkan peranan penting dalam meningkatkan reaksi homogen dan untuk

menghasilkan serbuk HAp murni. Serbuk HAp yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi dan berukuran nano dengan menggunakan metode presipitasi *double stirring* [11].

2. PERCOBAAN

2.1 Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah cangkang kerang ale-ale diperoleh dari Ketapang Kalimantan Barat, CaCO_3 (Merck), HCl (Merck), batang karbon, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (Merck), air bebas ion.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan 100 mesh, pengaduk magnetik, tanur, indikator pH universal, oven, kertas saring, dan peralatan gelas. Sedangkan instrumen karakterisasi terdiri dari Difraksi Sinar-X (XRD) Shimadzu XD-7000, Spektrometer Infra Merah Transformasi Fourier (FTIR) Bruker Tensor 3, Mikroskop Pemancar Elektron (SEM) Carl-Zeiss Bruker EVO MA10, Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDX) Bruker, Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) Shimadzu AA-7000, dan ultrasonic processor CPX 130.

2.2 Metode

Preparasi Sampel

Sampel (cangkang kerang ale-ale) dibersihkan dari kotoran menggunakan air kemudian direbus selama 1 jam. Selanjutnya sampel dikeringkan di bawah sinar matahari lalu digiling menggunakan mesin penggiling sampai menjadi serbuk halus. Serbuk sampel diayak 100 mesh. Fasa serbuk lolos 100 mesh dianalisis dengan XRD dan analisis unsur dengan EDX [4].

Pengukuran Kadar Ca dalam Serbuk Sampel dengan AAS

Preparasi deret standar: Dibuat larutan standar Ca^{2+} 1000 ppm dengan ditimbang sebanyak 2.497 gram CaCO_3 lalu ditambahkan 5 mL HCl pekat, didiamkan ± 5 menit sampai menjadi larut dan jernih, sampel ditera dengan air bebas ion dan

dihomogenkan. Kemudian dibuat larutan 100 ppm dengan cara dipipet 10 mL dari larutan induk 1000 ppm dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, kemudian ditera dengan air bebas ion dan dihomogenkan. Selanjutnya dibuat 2,4,8,12, dan 16 ppm yaitu dipipet 2,4,8,12, dan 16 mL kemudian masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, lalu ditera dengan air bebas ion dan dihomogenkan. Selanjutnya ditambahkan sedikit strontium agar stabil dalam pengukuran. Sampel diukur dengan AAS dengan $\lambda = 422.7$ nm.

Preparasi sampel: Serbuk sampel cangkang setelah preparasi ditimbang sebanyak 0.1 gram, lalu ditambahkan 5 mL HCl pekat, sampel dipanaskan sambil diaduk dengan pengaduk magnetik ± 10 menit sampai menjadi larut dan jernih, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, sampel ditera dengan air bebas ion dan dihomogenkan. Setelah itu, sebanyak 1 mL larutan induk dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, sampel ditera dengan air bebas ion dan dihomogenkan. Selanjutnya ditambahkan sedikit strontium agar stabil dalam pengukuran. Kemudian diukur dengan AAS pada $\lambda = 422.7$ nm.

Preparasi Blanko: Sebanyak 5 mL HCl pekat diencerkan dengan air bebas ion dalam labu takar 100 mL dan dihomogenkan. Kemudian diambil sebanyak 1 mL dari larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, sampel ditera dengan air bebas ion dan dihomogenkan. Selanjutnya, ditambahkan sedikit strontium agar stabil dalam pengukuran. Kemudian diukur dengan AAS dengan $\lambda = 422.7$ nm.

Kalsinasi Serbuk Sampel dan Konversi menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Serbuk sampel dipanaskan di dalam tanur pada suhu 1000 °C selama 3 jam. Abu yang diperoleh dari proses kalsinasi serbuk sampel kemudian dikonversi dengan cara dibiarkan kontak dengan udara pada suhu kamar. Untuk mengetahui keberadaan $\text{Ca}(\text{OH})_2$, abu yang telah dibiarkan kontak dengan udara dianalisis dengan XRD [10].

Sintesis HAP dengan Metode Presipitasi *Double Stirring* (Ultrasonik-Magnetik)

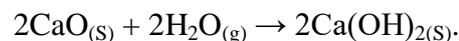
Sintesis HAP dilakukan melalui reaksi antara $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan rasio mol Ca/P = 1.67. Suspensi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ disiapkan dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang diperoleh dari tahap kalsinasi-konversi, ditimbang sebanyak 14.7410 gram $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dilarutkan dalam 100 mL air bebas ion dan untuk larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ disiapkan dengan cara ditimbang sebesar 15.7840 gram $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dilarutkan dalam 100 mL air bebas ion. Kemudian larutan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ diteteskan pada suspensi $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Bersamaan dengan proses tersebut, suspensi disonikasi dengan menggunakan alat *ultrasonic processor* pada 130 W, 20 KHz selama 2 jam dan bersamaan itu pula dilakukan pengadukan kuat dengan pengaduk magnetik. pH diatur pada kondisi pH 10. Campuran reaksi kemudian didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam, setelah itu disaring dengan kertas saring. Endapan yang diperoleh dibilas dengan air bebas ion. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C dan dilanjutkan dengan dipanaskan dalam tanur pada suhu 1000 °C selama 5 jam. Setelah kering, endapan digerus hingga halus dengan mortar. Fasa dan ukuran kristal serbuk yang dihasilkan dianalisis dengan XRD. Gugus fungsi dievaluasi dengan FTIR. Morfologi permukaan dan ukuran serbuk dikaji dengan SEM [11].

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisis XRD Cangkang Kerang Ale-ale Sebelum dan Sesudah Kalsinasi

Hasil analisis XRD untuk keberadaan senyawa CaCO_3 dari serbuk cangkang kerang ale-ale dapat dilihat pada Gambar 1. Serbuk kerang ale-ale sebelum kalsinasi menunjukkan cangkang kerang hanya terdiri dari satu fasa yaitu CaCO_3 (*aragonite*). Puncak difraksi fasa CaCO_3 (*aragonite*) dicirikan dari puncak difraksi yang khas dengan intensitas tertinggi berada pada sudut 2θ 26.26°, 33.15°, 36.12°, dan 52.45°.

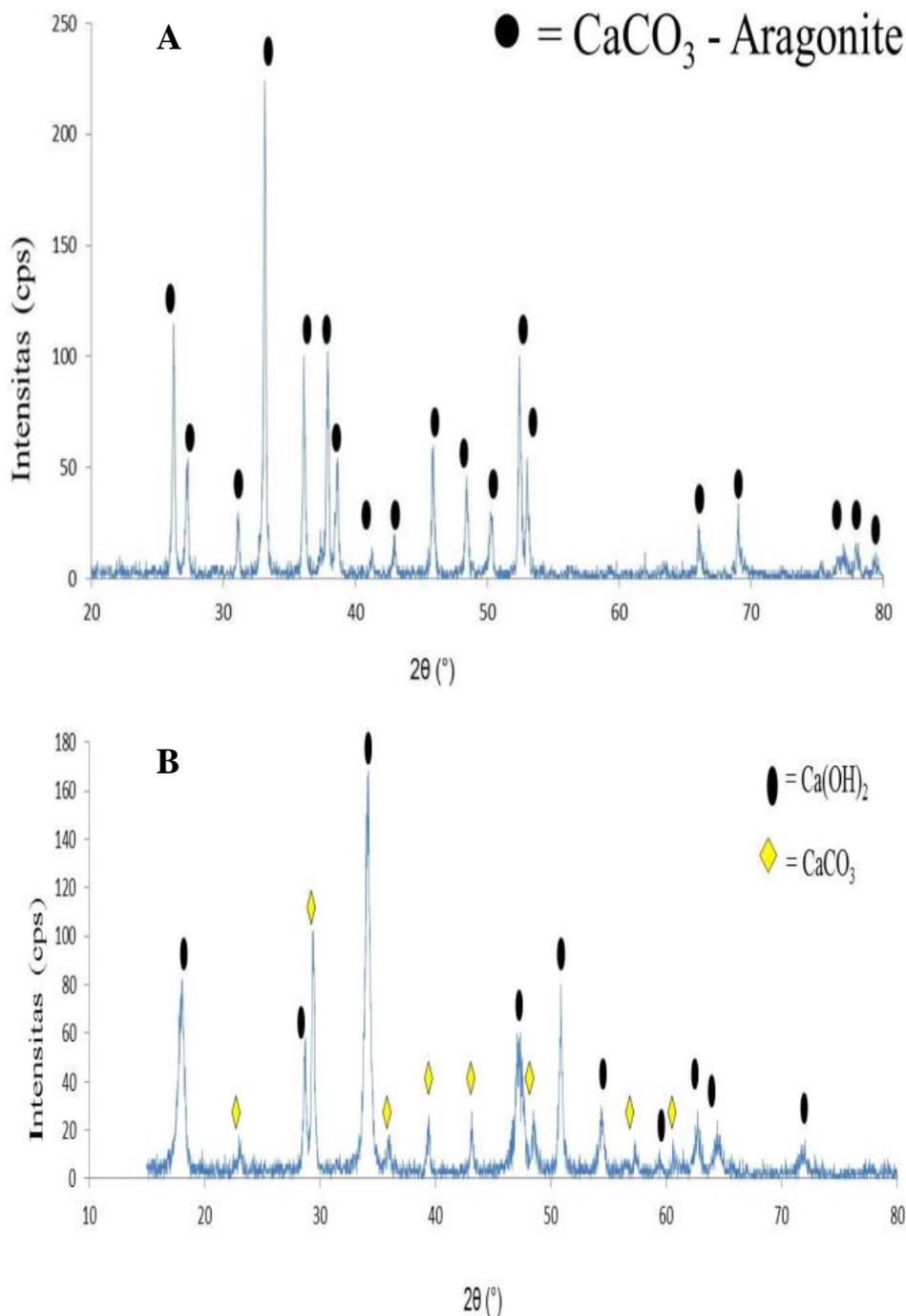
Kalsinasi serbuk cangkang kerang pada suhu 1000 °C bertujuan untuk mengubah senyawa CaCO_3 menjadi CaO dengan persamaan reaksi $\text{CaCO}_{3(s)} \rightarrow \text{CaO}_{(s)} + \text{CO}_{2(g)}$. Kalsinasi pada suhu rendah dapat menyebabkan senyawa CaO yang dihasilkan berubah kembali menjadi CaCO_3 dan dekomposisi CO_2 yang dihasilkan akan cukup rendah, oleh sebab itu kalsinasi dalam proses ini dilakukan pada suhu 1000 °C. Kalsinasi juga dapat menghilangkan senyawa organik dan pengotor yang mengganggu dalam proses pembentukan HAP [12]. Senyawa CaO yang diperoleh dibiarkan kontak dengan udara agar terjadi hidrasi CaO menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ melalui persamaan reaksi:



Pola XRD cangkang kerang ale-ale setelah kalsinasi yang terdapat menunjukkan bahwa telah terbentuknya fasa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (*portlandite*) yang dicirikan keberadaannya pada sudut $2\theta = 18.04^\circ, 28.71^\circ, 34.13^\circ, 47.29^\circ, 50.84^\circ, 54.39^\circ, 59.44^\circ, 62.68^\circ, 64.43^\circ, \text{ dan } 71.86^\circ$. Adanya puncak lain pada sudut $2\theta = 23.11^\circ, 29.42^\circ, 35.95^\circ, 39.41^\circ, 43.15^\circ, 48.52^\circ, 57.30^\circ, \text{ dan } 60.60^\circ$ menunjukkan bahwa masih ada sedikit pengotor dari CaCO_3 yang belum berubah fasa menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$, namun hal ini tidak signifikan mengganggu untuk memperoleh fasa tunggal HAP. Senyawa $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang diperoleh ini merupakan starting material yang digunakan dalam tahap sintesis HAP.

Komposisi Cangkang Kerang Ale-ale Sebelum Kalsinasi

Analisis serbuk sampel cangkang kerang ale-ale sebelum proses kalsinasi menggunakan AAS menunjukkan kandungan kalsium sebesar 68.04%. Hasil analisis unsur menggunakan EDX menunjukkan bahwa kandungan unsur utama dalam cangkang kerang ale-ale adalah kalsium (79.24%), oksigen (17.79%), dan karbon (2.97%). Pada hasil EDX menunjukkan terdapatnya kandungan

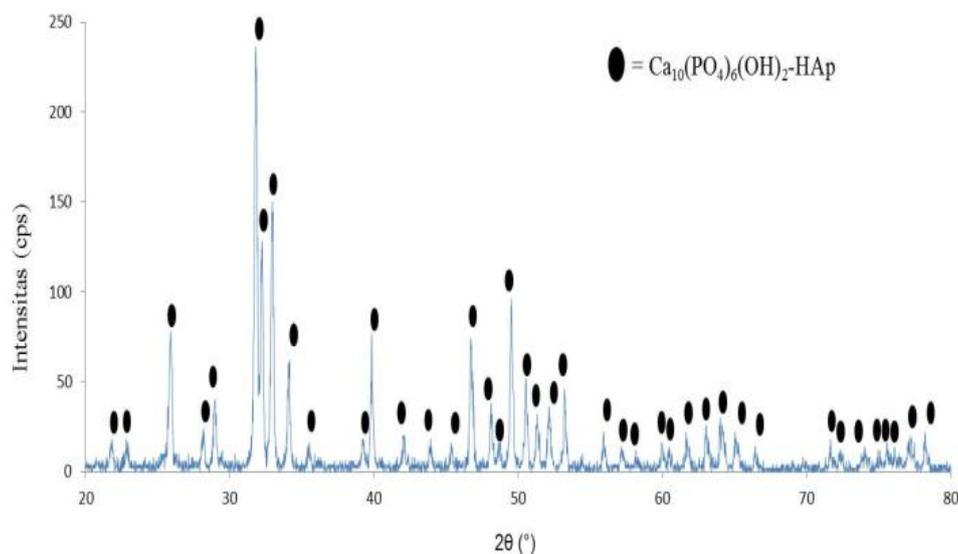


Gambar 1 Difraktogram sinar-x serbuk cangkang kerang ale-ale sebelum (A) dan setelah (B) kalsinasi

kalsium dalam cangkang kerang jauh lebih besar dibandingkan unsur oksigen dan karbon.

Analisis EDX bertujuan untuk meyakinkan bahwa kandungan unsur utama serbuk sampel adalah kalsium, oksigen, dan karbon sesuai dengan unsur penyusun fasa

yang dihasilkan dari analisis XRD yaitu CaCO₃. Hasil AAS dan EDX telah membuktikan bahwa cangkang kerang ale-ale yang kaya akan kalsium berpotensi sebagai prekursor kalsium untuk menyintesis HAp.



Gambar 2. Difraktogram XRD dari HAp

Hasil Sintesis HAp

Pemilihan sintesis HAp menggunakan metode presipitasi *double stirring* (ultrasonik-magnetik) karena HAp murni tidak mudah dihasilkan. Kalsium fosfat memiliki berbagai derivat dan sintesis kalsium fosfat sangat kuat bergantung pada kondisi reaksi [13]. Oleh sebab itu alternatif solusi adalah dengan metode presipitasi *double stirring* yaitu pengadukan dengan bantuan ultrasonik-magnetik secara bersamaan akan membuat partikel HAp yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian tinggi dalam waktu sintesis yang cepat. Sintesis HAp dilakukan dengan mereaksikan Ca(OH)_2 dari hasil kalsinasi dengan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan perbandingan mol 10:6 sesuai dengan rasio mol Ca/P 1.67 dan pH 10, dengan persamaan reaksi:



Hidroksiapatit dengan pH kurang dari 10 atau melebihi 10 akan menyebabkan terbentuknya senyawa kalsium fosfat lain yang tidak diinginkan [14]. Oleh karena itu pemantauan pH terus dilakukan selama proses sintesis HAp.

Suhu sintering sangat penting dalam proses menghasilkan HAp murni karena fasa selain HAp dapat terbentuk apabila suhu sintering terlampaui tinggi maupun terlampaui rendah. Jika suhu sintering terlampaui tinggi maka akan terbentuk senyawa apatit karbonat tipe A $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$ dan jika suhu sintering terlampaui rendah maka akan terbentuk senyawa apatit karbonat tipe B $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_3\text{CO}_3(\text{OH})_2$ [15].

Hasil Karakterisasi Fasa HAp menggunakan XRD

Identifikasi fasa HAp dianalisis dengan XRD yang dicirikan oleh puncak difraksi yang khas antara sudut 2θ antara $20-80^\circ$ (Gambar 2). Pola XRD menunjukkan bahwa serbuk hasil sintesis merupakan murni fasa tunggal HAp berdasarkan data JCPDS No. 09-0432. Hal ini dibuktikan dari puncak ciri khas yang kuat pada $2\theta = 31.83^\circ$, 32.24° , dan 32.96° tanpa adanya puncak asing.

Sintering dalam proses sintesis HAp diperlukan untuk memperoleh fasa murni HAp. Derajat kristalinitas HAp hasil sintesis yang diperoleh yaitu 90.12% dan ukuran kristal rata-rata adalah 41.08 nm

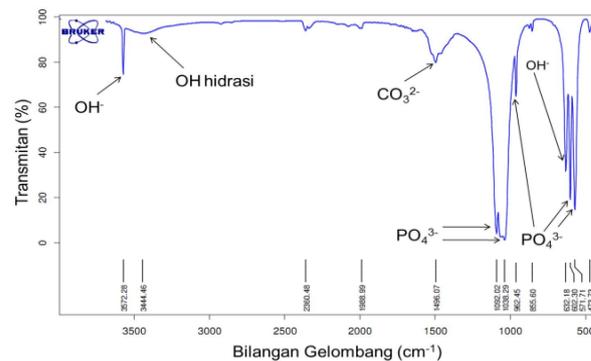
yang ditentukan menggunakan persamaan Scherrer [16].

Hasil Karakterisasi FTIR pada HAp

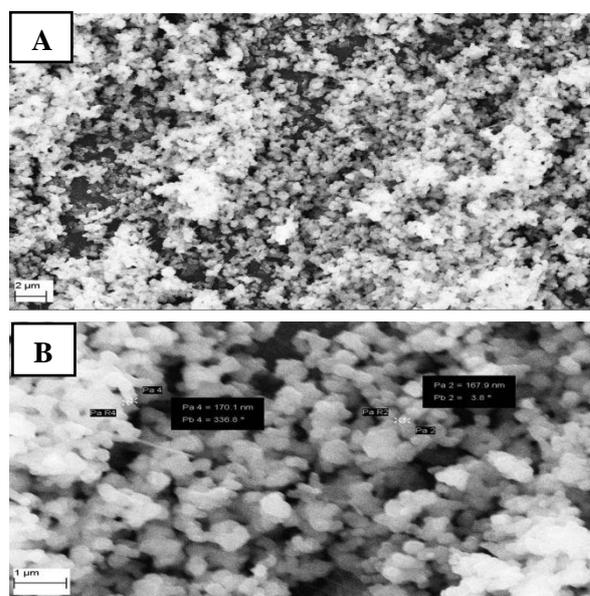
Analisis spektrum FTIR dilakukan untuk menegaskan informasi gugus fungsi dari senyawa HAp yang dihasilkan. Spektrum FTIR HAp yang telah disintesis dapat dilihat pada Gambar 3. Adanya serapan pada bilangan gelombang 1092.02, 1038.29, 962.45, 602.30, dan 571.71 cm^{-1} merupakan vibrasi dari gugus PO_4^{3-} . Bilangan gelombang pada vibrasi gugus PO_4^{3-} yang diperoleh sesuai dengan hasil penelitian yang dilaporkan oleh [17] yaitu muncul pada bilangan gelombang di sekitar 1090, 602, dan 570 cm^{-1} . Sejalan dengan penelitian [18] yang juga melaporkan bahwa gugus PO_4^{3-} muncul pada bilangan gelombang 1085-1092, 1033-1035, 1000, 933-962, dan 500-611 cm^{-1} . Adanya gugus OH^- ditunjukkan dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 3572.28 dan 632.18 cm^{-1} . Vibrasi gugus OH^- muncul pada serapan pada bilangan gelombang sekitar 3572 dan 632 cm^{-1} . Hasil penelitian yang dilaporkan oleh [19] bahwa gugus OH^- muncul pada bilangan gelombang 3575 cm^{-1} . Gugus OH^- muncul pada bilangan gelombang 628 cm^{-1} . Gugus OH^- hidrasi muncul pada bilangan gelombang 3444.46 cm^{-1} . Vibrasi gugus OH^- hidrasi muncul pada bilangan gelombang 3423 cm^{-1} . Adanya puncak lemah yang merupakan vibrasi dari gugus CO_3^{2-} ditunjukkan dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1496.07 cm^{-1} . Vibrasi dari gugus CO_3^{2-} merupakan spektrum lemah mengindikasikan adanya gugus CO_3^{2-} muncul pada bilangan gelombang 1470 dan 1420 cm^{-1} sebagai hasil dari absorpsi atmosfer CO_2 pada permukaan partikel HAp.

Adanya substitusi karbonat pada gugus hidroksil atau fosfat dapat disebabkan oleh kelarutan CO_2 di lingkungan sekitar terkait dengan pengadukan yang kuat selama proses sintesis HAp dengan metode presipitasi kimia [20]. Hasil FTIR ini telah

menegaskan akan keberadaan senyawa murni HAp.



Gambar 3. Spektrum FTIR dari HAp



Gambar 4. Foto SEM HAp perbesaran (A) 3000X ; (B) 10.000X

Hasil Karakterisasi SEM pada HAp

Analisis SEM pada HAp bertujuan untuk melihat morfologi kristal HAp. Foto SEM partikel HAp dapat dilihat pada Gambar 4. HAp yang diperoleh berbentuk bola dengan ukuran partikel HAp sekitar 65 nm dan ukuran rata-rata pori yang homogen. Porositas HAp berfungsi menyediakan lingkungan biologi yang baik pada adhesi sel, interaksi selular, proliferasi, dan migrasi [21]. Dengan demikian, pori HAp yang terdapat di antara butiran HAp diharapkan memiliki kemampuan sebagai media pertumbuhan

tulang baru setelah implantasi. Tampak partikel HAp pada (Gambar 4A dan HAp berbentuk bola dan terjadi aglomerasi. Hal ini karena bergabungnya partikel ukuran nano membentuk aglomerat sehingga diperoleh beberapa ukuran mikro antara 30-50 nm. Penelitian [22] juga melaporkan hal yang sama bahwa pada SEM partikel HAp yang dihasilkan menggunakan metode presipitasi diperoleh partikel kecil dan partikel aglomerasi.

4. KESIMPULAN

Kandungan kalsium dari limbah cangkang kerang ale-ale dapat dimanfaatkan sebagai *starting material* dalam sintesis hidroksiapatit. Analisis serbuk sampel cangkang kerang ale-ale sebelum proses kalsinasi menggunakan AAS menunjukkan kandungan kalsium sebesar 68.04%. Pada hasil EDX menunjukkan terdapatnya kandungan kalsium dalam cangkang kerang jauh lebih besar dibandingkan unsur oksigen dan karbon. Pola XRD menunjukkan bahwa serbuk hasil sintesis dengan metode presipitasi *double stirring* merupakan murni fasa tunggal hidroksiapatit dengan derajat kristalinitas sebesar 90.12% dan ukuran kristal rata-rata adalah 41.08 nm. Hasil analisis FTIR, pada sampel terdapat gugus PO_4^{3-} dan OH^- yang menegaskan akan keberadaan senyawa murni hidroksiapatit. Dari hasil analisa SEM pada hidroksiapatit diperoleh partikel berbentuk bola dengan ukuran partikel HAp sekitar 65 nm dan ukuran rata-rata pori yang homogen.

5. DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wicaksono D., Fathurochman R.A., Riyanto B., Wicaksono Y.I. Analisis kecelakaan lalu lintas (studi kasus jalan raya Ungaran – Bawen), *Jurnal Karya Teknik Sipil*. 2014, 3(1), 203-213.
- [2] Anisah A., Delina M., Aisah N., Gustiono D. Pembuatan graft tulang dengan proses ekstraksi senyawa hidroksiapatit dari tulang korteks sapi, *Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya*. 2018, 3(1), 31-36.
- [3] Rahmaniah R. Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) sebagai bahan baku semen tambal gigi, *Teknosains: Media Informasi Sains dan Teknologi*. 2019, 13(1), 27-32.
- [4] Mijan N.A., Yap Y.H., Lee H.V. Synthesis of clamshell derived $Ca(OH)_2$ nano-particles via simple surfactant-hydration treatment, *Chemical Engineering*. 2015, 262, 1043–1051.
- [5] Anggresani L., Perawati S., Rahayu I.J. Limbah tulang ikan tenggiri (*Scomberomorus guttatus*) sebagai sumber kalsium pada pembuatan hidroksiapatit, *Jurnal Katalisator*. 2019, 4(2), 133-140.
- [6] Dedourkova T., Zelenka J., Zelenkova M., Benes L., Svoboda L. Synthesis of sphere-like nanoparticles of hydroxyapatite, *Procedia Engineering*. 2012, 42, 1816–1821.
- [7] Poinern G., Brundavanam R., Fawcett D. Nanometre scale hydroxyapatite ceramics for bone tissue engineering, *American Journal of Biomedical Engineering*. 2013, 3(6):148-168.
- [8] Szczes A., Holysz L., Chibowski E. Synthesis of hidroxyapatite for biomedical applications, *Advances in Colloid and Interface Science*. 2017, 249, 321-330.
- [9] Sabu U., Logesh G., Rashad M., Joy A., Balasubramanian M. Microwave assisted synthesis of biomorphic hydroxyapatite, *Ceramics International*. 2019, 45(6), 6718-6722.
- [10] Pankaew P., Hoonivathana E., Limsuwan P., Naemchanthara K. Temperature effect on calcium phosphate synthesized from chicken eggshells and ammonium phosphate, *Journal of Applied Sciences*. 2010, 10(24), 3337-3342.

- [11] Yoruc A.B., Koca Y. Double step stirring a novel method for precipitation of nano-sized hydroxyapatite powder, *Journal of Nanomaterials and Biostructures*. 2009, 4(1), 73-81.
- [12] Sukaryo S.G., Adi W.A. Pembentukan nanopartikel paduan CoCrMo dengan metoda pepaduan mekanik. *Pusat Penelitian Metalurgi LIPI* ISSN 0216-3188. 2012, 27(1), 51-58.
- [13] Ge X., Ren C., Lu X., Li Z., Chen G., Wang K., Ren F., Wang Q., Wang M., An X., Qian B. Surfactant-free electrochemical synthesis of fluoridated hydroxyapatite nanorods for biomedical applications, *Ceramics International*. 2019, 45(14), 17336-17343.
- [14] Haruda M.S., Fadli A., Yenti S.R. Pengaruh pH dan waktu reaksi pada sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode presipitasi, *Jom FTEKNIK*. 2016, 3(1), 1-6.
- [15] Shojai M.S., Khorasani M.T., Khoshdargi E.D., Jamshidi A. Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite in diverse structures - a review. *Acta Biomaterialia*. 2013, 9(8), 7591-7621.
- [16] Farnoush H., Mohandesi J.A., Fatmehsari D.H., Moztafzadeh F. Modification of electrophoretically deposited nano-hydroxyapatite coatings by wire brushing on Ti-6Al-4V substrates, *Ceramics International*. 2012, 38(6), 4885-4893.
- [17] Sroka-Bartnicka A., Borkowski L., Ginalska G., Slosarczyk A., Kazarian S.G. Structural transformation of synthetic hydroxyapatite under simulated *in vivo* conditions studied with ATR-FTIR spectroscopic imaging, *Spectrochimica Acta*. 2017, 171, 155-161.
- [18] Bano N., Jikan S.S., Basri H., Adzila S., Zago D.M. XRD and FTIR study of A&B type carbonated hydroxyapatite extracted from bovine bone, *AIP Conference Proceedings*. 2019, 2068(1), 143-150.
- [19] Dedourkova T., Zelenka J., Zelenkova M., Benes L., Svoboda L. Synthesis of sphere-like nanoparticles of hydroxyapatite, *Procedia Engineering*. 2012, 42, 1816-1821.
- [20] Purwasmita B.S., Gultom R.S. Sintesis dan karakterisasi serbuk hidroksiapatit skala lab sub-mikron menggunakan metode presipitasi, *Bionatura: Jurnal Ilmu Hayati dan Fisik*. 2008, 10(2), 155-167.
- [21] Poinern G., Brundavanam R., Fawcett D. Nanometre scale hydroxyapatite ceramics for bone tissue engineering, *American Journal of Biomedical Engineering*. 2013, 3(6), 148-168.
- [22] Tourbin M., Brouillet F., Galey B., Rouquet N., Gras P., Chebel N.A., Grossin D., Frances C. Agglomeration of stoichiometric hydroxyapatite: Impact on particle size distribution and purity in the precipitation and maturation steps, *Powder Technology*. 2020, 360, 977-988.