

**SINTESIS HIDROKSIAPATIT (HAp) DARI BATU KAPUR LAMPUNG  
SELATAN MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI**

**(Skripsi)**

Oleh

**NOVI CAHYA ANGGRAENI**



**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2022**

## ABSTRAK

### SINTESIS HIDROKSIAPATIT (HA<sub>p</sub>) DARI BATU KAPUR LAMPUNG SELATAN MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI

Oleh

Novi Cahya Anggraeni

Hidroksiapatit merupakan salah satu bahan yang digunakan untuk implan tulang dan dapat menjadi pengisi jaringan yang keropos akibat kehilangan mineral seperti kalsium dan fosfat. Tujuan dari penelitian ini yaitu mengetahui pengaruh waktu pengadukan, suhu pengadukan, hasil sonikasi dan tanpa sonikasi batu kapur terhadap hidroksiapatit dengan metode presipitasi merupakan proses mengubah zat terdispersi menjadi endapan. Pada penelitian ini menggunakan batu kapur yang berasal dari Lampung Selatan yang dihancurkan terlebih dahulu dengan *ball mill* selama 4 jam dan dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam. Kemudian 7,44 gram CaO (hasil kalsinasi batu kapur) dilarutkan dalam 100 ml aquades selama 1 jam pada suhu 90°C dan ditambahkan 100 ml 0,3 M asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) diaduk dengan kecepatan 300 rpm selama 1 jam dan 3 jam pada suhu 30, 60, 90 dan 120°C. Penambahan 0,5 M asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) secara perlahan hingga mencapai pH 10. Dilakukan pula sonikasi pada suhu 60°C selama 3 jam. Kemudian diendapkan selama 1 hari untuk menghasilkan endapan. Endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 120° C selama 4 jam. Hasil *X-Ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan waktu dan suhu pengadukan optimum pada sampel sonikasi yaitu 60°C selama 3 jam sedangkan pada sampel tanpa sonikasi yaitu 120°C selama 1 jam. Hasil *X-ray Diffraction* (XRD) menunjukkan fase yang terbentuk berupa *hidroksiapatit* (Ca<sub>10</sub>(PO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) dan *calcite* (CaCO<sub>3</sub>). Hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan masih banyak penggumpalan yang dihasilkan. Berdasarkan hasil penelitian batu kapur Lampung Selatan berpotensi untuk dikembangkan sebagai material hidroksiapatit.

**Kata Kunci** : Batu Kapur, hidroksiapatit, presipitasi, waktu, suhu

## ABSTRACT

### SYNTHESIS HYDROXYAPATITE (HAp) FROM LIMESTONE SOUTH LAMPUNG USING THE PRECIPITATION METHOD

By

**Novi Cahya Anggraeni**

Hydroxyapatite is one of the materials used for bone implants and can be used as a filler for porous tissue due to loss of minerals such as calcium and phosphate. The purpose of this study was to determine the effect of stirring time, stirring temperature, sonication and non-sonication limestone to hydroxyapatite by the precipitation method is the process of converting the dispersed substance into a sediment. In this study, limestone from South Lampung was first crushed with a ball mill for 4 hrs and calcination at a temperature of 900°C for 4 hrs. The synthesis process was carried out by weighing 7,44 grams of CaO (limestone calcination) were dissolved in 100 ml of distilled water for 1 hr at 90°C and added to 100 ml of 0,3 M phosphate acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) stirred at 300 rpm for 1 hr and 3 hrs at temperature 30, 60, 90 and 120°C. Add 0,5 M nitric acid (HNO<sub>3</sub>) slowly until it reaches pH 10. Sonication is also carried out at 60°C for 3 hrs. Then allowed to started for one day to obtain the sediment. The precipitate formed was filtered and dried at 120°C for 4 hrs. The *X-Ray Fluorescence* (XRF) results show optimal stirring time and temperature for the sonication sample is 60°C for 3 hrs, while the sample without sonication is 120°C for 1 hr. The *X-ray Diffraction* (XRD) results show the formed phases in the form of hydroxyapatite (Ca<sub>10</sub>(PO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>) and calcite (CaCO<sub>3</sub>). The *Scanning Electron Microscope* (SEM) results show that there are still many agglomerates being produced. Based on the result of the experiment, limestone from South Lampung is potentially made as hydroxyapatite for biomaterial application.

**keyword :** limestone, hydroxyapatite, precipitation, time, temperature

**SINTESIS HIDROKSIAPATIT (HAp) DARI BATU KAPUR LAMPUNG  
SELATAN MENGGUNAKAN METODE PRESIPITASI**

**Oleh**

**NOVI CAHYA ANGGRAENI**

**Skripsi**

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar

**SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Lampung**



**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2022**

Judul Penelitian

: **SINTESIS HIDROKSIAPATIT (HAp) DARI  
BATU KAPUR LAMPUNG SELATAN  
MENGUNAKAN METODE PRESIPITASI**

Nama Mahasiswa

: *Novi Cahya Anggraeni*

Nomor Pokok Mahasiswa : 1717041065

Jurusan

: Fisika

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



1. **Komisi Pembimbing**

*[Signature]*  
**Drs. Ediman Ginting, M.Si.**  
NIP. 195708251986031002

*[Signature]*  
**Ir. Suharto, M.T.**  
NIP. 196609161994031001

2. **Ketua Jurusan Fisika**

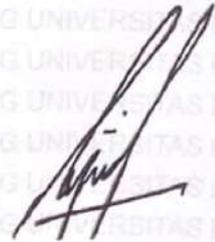
*[Signature]*  
**Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T.**  
NIP. 198010102005011002

**MENGESAHKAN**

**1. Tim Penguji**

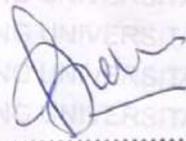
**Ketua**

**: Drs. Ediman Ginting, M.Si.**



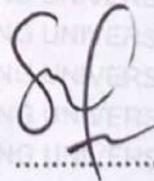
**Sekretaris**

**: Ir. Suharto, M.T.**



**Penguji**

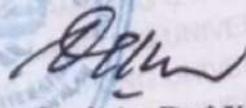
**Bukan Pembimbing : Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si.**



**2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**Dr. Eng. Surlpto Dwi Yuwono, S.Si., M.T.**  
NIP. 197407052000031001



**Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 24 Agustus 2022**

## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang sama persis dengan yang pernah dilakukan orang lain, dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka, selain itu saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan ini tidak benar, maka saya bersedia dikenakan sanksi sesuai hukum yang berlaku

Bandar Lampung, 18 Agustus 2022



Novi Cahya Anggraeni  
NPM. 171704165

## RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Novi Cahya Anggraeni. Penulis dilahirkan di Bandar Lampung pada 16 November 1999. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara dari pasangan Wahyudi dan (Almh.) Tri Pur Waningsih. memulai pendidikan taman kanak kanak di TK Amarta Tani HKTI tahun 2004 - 2005 kemudian melanjutkan sekolah dasar di SDN 1 Labuhan Dalam tahun 2005 - 2011 lalu melanjutkan pendidikan sekolah menengah pertama di SMPN 20 Bandar Lampung tahun 2011 - 2014. Penulis melanjutkan pendidikan di SMAN 13 Bandar Lampung pada tahun 2014 - 2017.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa di jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN pada tahun 2017. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah aktif dalam kegiatan organisasi seperti menjadi anggota bidang Komunikasi dan Informasi HIMAFI FMIPA Unila pada tahun 2019.

Penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Badan Penelitian Teknologi Mineral (BPTM) – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Lampung Selatan pada tahun 2020 dengan judul laporan “Pembuatan Klinker Semen Dengan Variasi Slag Mangan Sebagai Substitusi Batu Kapur”. Penulis juga melaksanakan Kerja Kuliah Nyata (KKN) Putera Daerah di Desa Labuhan Dalam, Kecamatan Tanjung Senang, Kota Bandar Lampung pada tahun 2020.

## **MOTTO**

*“Berpikirlah positif, tidak peduli seberapa keras kehidupanmu”  
(Ali Bin Abi Thalib)*

*“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan ada kemudahan”  
((QS. Al Insyirah: 5)*

*Harus percaya pada dirimu sendiri jangan pikirkan hal negatif  
-Mark Lee-*

## PERSEMBAHAN

**Dengan Penuh Rasa Syukur Kepada Allah Subhanahu wa ta'ala, karya ini dipersembahkan kepada:**

Kedua Orang tuaku

*Bapak Wahyudi & Ibu (Almh.) Tri Pur Waningsih*

Terimakasih untuk segala do'a dan usaha yang selalu diberikan demi kesuksesan putrinya hingga mampu menyelesaikan pendidikan di tingkat Universitas sebagai sarjana

*Keluarga Besar & Teman-teman*

Terimakasih atas segala dukungan yang telah diberikan sehingga dapat tetap bertahan dalam keadaan suka maupun duka

*Almamater Tercinta*

UNIVERSITAS LAMPUNG

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur kehadiran Allah SWT. Tuhan Yang Maha Esa sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis Hidroksiapatit (HAP) Dari Batu Kapur Lampung Selatan Menggunakan Metode Presipitasi”**. Dengan segala kerendahan hati, penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih terdapat kesalahan dan masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun penulis harapkan untuk memperbaiki skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bukan hanya untuk penulis, tapi juga untuk para pembaca.

Bandar Lampung, 18 Agustus 2022

Penulis,

Novi Cahya Anggraeni

## SANWACANA

Segala puji bagi Allah, Rabb semesta alam yang telah memberikan taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan lancar. Dalam penyusunan skripsi ini, penulis menyadari tidak sedikit hambatan dan kesulitan yang dihadapi, namun berkat bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulis mengucapkan terimakasih telah membantu penyusunan skripsi ini kepada:

1. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
2. Bapak Drs. Ediman Ginting, M.Si. selaku pembimbing I yang selalu membimbing dan mengarahkan dalam proses penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Ir. Suharto, M.T. selaku pembimbing II yang selalu membimbing dan mengarahkan dalam proses penyusunan skripsi ini.
4. Bapak Yusup Hendronursito, S.T., M.T. selaku pembimbing lapangan yang selalu membimbing dan mengarahkan dalam proses penelitian skripsi ini.
5. Ibu Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si. selaku pembahas yang senantiasa mengarahkan dalam proses penyusunan skripsi ini.
6. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku pembimbing akademik yang senantiasa memberikan bimbingan selama masa perkuliahan.
7. Seluruh dosen Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung yang telah memberikan banyak ilmu selama kuliah.

8. Larasati Handayani, Inke Rengganis, Raden Ayu Nurfadhillah Rifqah, Nurul Istiqomah Nainggolan dan Arum Yunita Sari yang selalu memberikan motivasi dan bantuan dalam penyusunan skripsi ini.
9. Janariah, Era Arianti, Nurul Aini, Nelly Fitriani, Tika Agustina serta teman – teman Fisika 2017 selaku teman seperjuangan selama masa perkuliahan.
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu, yang telah membantu penulis selama menyelesaikan skripsi ini.

Semoga Allah SWT membalas dengan yang lebih baik dan menjadi pemberat amal di akhirat nanti. Aamiin.

Bandar Lampung, 18 Agustus 2022

Penulis,

Novi Cahya Anggraeni

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>iii</b>
<b>LEMBAR PERSETUJUAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>PERNYATAAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>RIWAYAT HIDUP</b> .....	<b>vii</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>viii</b>
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	<b>ix</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>x</b>
<b>SANWACANA</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xv</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xvii</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Batu Kapur .....	6

2.2	Tulang Manusia .....	7
2.3	Hidroksiapatit .....	8
2.4	Sintesis Hidroksiapatit.....	11
	2.4.1 Sintesis Kimia Basah.....	11
	2.4.2 Sintesis Kimia Kering.....	13
2.5	Ultrasonic Cleaner .....	14
2.6	Pengujian .....	15
	2.6.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF) .....	15
	2.6.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	17
	2.6.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	20
2.7	Pengolahan Data Dengan Minitab Version 19 .....	22

### III. METODE PENELITIAN

3.1	Waktu dan Tempat Penelitian .....	24
3.2	Alat dan Bahan .....	24
3.3	Prosedur Penelitian.....	25
	3.3.1. Preparasi Sampel .....	25
	3.3.2. Proses Sintesis Metode Presipitasi .....	25
	3.3.3. Karakteristik XRF .....	26
	3.3.4. Karakteristik XRD.....	26
	3.3.5. Karakteristik SEM.....	26
3.4	Diagram Alir.....	27
3.5	Kode Sampel .....	29

### IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1.	Hasil Uji Karakterisasi XRF.....	30
	4.1.1. Pengaruh Waktu Pengadukan, Suhu Pengadukan dan Sonikasi ....	33
4.2.	Hasil Uji Karakterisasi XRD.....	36
4.3.	Hasil Uji Karakterisasi SEM EDX .....	43

### V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1.	Simpulan.....	48
5.2.	Saran .....	49

### DAFTAR PUSTAKA

### LAMPIRAN

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
<b>Gambar 2.1</b> Struktur heksagonal dari kristal hidroksiapatit. ....	9
<b>Gambar 2.2</b> Alat sonikasi (BRIN tanjung bintang).....	15
<b>Gambar 2.3</b> Proses terjadinya sinar-x (Cullity, 1978).....	16
<b>Gambar 2.4</b> Alat XRF (PRTP - BRIN).....	17
<b>Gambar 2.5</b> Alat XRD (PRTP - BRIN).....	18
<b>Gambar 2.6</b> Model difraksi hukum Bragg (Cullity, 1978) .....	19
<b>Gambar 2.7</b> Skema SEM (Griffin dan Raissen, 1991) .....	20
<b>Gambar 2.8</b> Alat SEM (PRTP - BRIN).....	22
<b>Gambar 3.1</b> Diagram alir pembuatan serbuk CaO .....	27
<b>Gambar 3.2</b> Diagram alir pembuatan larutan Ca(OH) <sub>2</sub> .....	27
<b>Gambar 3.3</b> Diagram alir pembuatan hidroksiapatit metode presipitasi .....	28
<b>Gambar 4.1</b> Sintesis hidroksiapatit tanpa sonikasi selama 1 jam dan 3 jam .....	37
<b>Gambar 4.2</b> Sintesis hidroksiapatit sonikasi selama 1 jam dan 3 jam.....	38
<b>Gambar 4.3</b> Sintesis hidroksiapatit (a) tanpa sonikasi, (b) sonikasi dan (c) HAP komersil.....	39
<b>Gambar 4.4</b> Hasil analisis SEM sintesis hidroksiapatit tanpa sonikasi selama (a) 1 jam perbesaran 10000x dan (b) 3 jam perbesaran 10000x .....	43
<b>Gambar 4.5</b> Hasil analisis SEM sintesis hidroksiapatit sonikasi selama (a) 1 jam perbesaran 5000x dan (b) 3 jam perbesaran 5000x .....	44
<b>Gambar 4.6</b> Hasil analisis HAP komersil (a) morfologi (b) mapping EDX dan (c) spektrum EDX.....	45
<b>Gambar 4.7</b> Hasil analisi sintesis hidroksiapatit sonikasi (a) mapping EDX dan (b) spektrum EDX .....	46

**Gambar 4.8** Hasil analisis sintesis hidroksiapatit tanpa sonikasi (a) mapping EDX dan (b) spektrum EDX .....47

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
<b>Tabel 2.1</b> Kalsium ortofosfat dan sifat-sifat pentingnya .....	10
<b>Tabel 3.1</b> Alat penelitian .....	24
<b>Tabel 3.2</b> Bahan penelitian .....	25
<b>Tabel 3.3</b> Kode sampel penelitian .....	29
<b>Tabel 4.1</b> Hasil analisis XRF batu kapur .....	30
<b>Tabel 4.2</b> Hasil analisis XRF sintesis hidroksiapatit .....	32
<b>Tabel 4.3</b> Hasil analisis XRF HAP komersil .....	33
<b>Tabel 4.4</b> <i>Analysis of variance</i> pengaruh waktu, suhu, sonikasi terhadap Ca .....	33
<b>Tabel 4.5</b> <i>Analysis of variance</i> pengaruh waktu, suhu, sonikasi terhadap P .....	34
<b>Tabel 4.6</b> <i>Analysis of variance</i> pengaruh waktu, suhu, sonikasi terhadap Si .....	35
<b>Tabel 4.7</b> Fase dan struktur kristal hidroksiapatit .....	40
<b>Tabel 4.8</b> Ukuran kristal sintesis hidroksiapatit .....	41
<b>Tabel 4.9</b> <i>Analysis of variance</i> pengaruh waktu, suhu, sonikasi terhadap ukuran kristal .....	42

## I. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sumber kalsium alami untuk memperoleh hidroksiapatit dapat diproduksi dengan memanfaatkan limbah berupa cangkang kerang, cangkang telur, tulang sapi dan batu kapur. Selain membatasi limbah cangkang kerang karena pemanfaatan biota laut juga dibatasi oleh masalah lingkungan, sehingga penggunaan batu kapur dalam proses pembuatan hidroksiapatit menjadi salah satu pilihan.

Potensi sumber daya batu kapur sangat luas dan terdapat di seluruh Indonesia yang diperkirakan mencapai 28,678 miliar ton. Batu kapur biasanya digunakan untuk bahan bangunan, namun dapat juga digunakan untuk pembuatan hidroksiapatit. Kandungan kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) merupakan komponen dasar untuk pembuatan hidroksiapatit (HAP) sebagai komposisi anorganik pada tulang dan gigi. Hal ini disebabkan kesamaan sifat kimiawi dan bentuk kristal pada berbagai jaringan tulang (Margareta dkk., 2015).

Tulang merupakan salah satu organ terpenting tubuh manusia, berfungsi sebagai tempat melekatnya otot dan membantu manusia dalam beraktivitas. Begitu penting fungsi tulang dalam tubuh, jika terjadi kerusakan maka fungsi tubuh akan terhambat. Pada faktor usia dan pola makan yang tidak sehat dapat merusak manusia. Selain itu, akibat dari kecelakaan, faktor kelahiran, infeksi dan tumor juga dapat merusak tulang manusia. Saat ini, semakin meningkatnya kasus

kerusakan tulang di bidang medis, hal inilah yang mendasari para ilmuwan mempelajari pembuatan tulang buatan. Saat ini yang memiliki kemiripan dengan komposisi tulang dan gigi adalah hidroksiapatit.

Hidroksiapatit (HAP) dapat ditulis dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_2)_6(\text{OH})_2$  merupakan komposisi mineral utama penyusun jaringan keras manusia yaitu tulang, dentin dan gigi. Mirip dengan jaringan keras pada tulang dan gigi yaitu sekitar 65% mineral anorganik tulang terdiri dari hidroksiapatit. Karena tingginya permintaan akan biomaterial terutama di bidang medis seperti pengobatan patah tulang dan patah tulang dilakukan pengembangan penelitian tentang hidroksiapatit, karena bersifat biokompatibel, bioaktivitas dan osteokonduktivitas yang berasal dari komposisi mineral tulang alami sehingga digunakan sebagai bahan pengganti struktur jaringan keras tubuh manusia (Kumar dkk., 2004).

Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Agus Priyanto (2018), melakukan percobaan pembuatan HAP menggunakan metode mechanochemical. Dari hasil pengujian menunjukkan derajat warna putih yang paling tinggi diperoleh dari batu kapur Gunung Branti yaitu 85,7% dan kekerasan yang diperoleh sebesar 13,60 HV. Beberapa penelitian telah melakukan sintesis hidroksiapatit pada suhu pemanasan yang berbeda – beda. Jamarun dkk (2015), melakukan suhu pemanasan 60°C, 70°C, 80°C dan 90°C menggunakan *calcium nitrate tetrahydrate* ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dan *diammonium hydrogen phosphate* ( $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ). Rumengan dkk (2015) juga melakukan penelitian dengan metode presipitasi menggunakan *phosphate acid* ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) dan *amonium hidroksida* ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) pada suhu 40°C.

Mensintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai metode yaitu metode kering dan metode basah (presipitasi, sol – gel, hidrotermal). Penggunaan metode basah banyak dilakukan untuk mensintesis HAP karena biayanya yang ekonomis dan proses yang sederhana. Pada penelitian ini menggunakan metode basah yaitu metode presipitasi karena metode ini sering digunakan, ekonomis dan mudah digunakan (Mawadara dkk., 2016). Juga memiliki kelebihan homogenitas partikel yang didapatkan cukup baik, reaksi kimia yang sederhana dan proses yang sangat sederhana (Amalia dkk., 2108).

Dalam penelitian ini, menggunakan batu kapur asal Lampung Selatan untuk mensintesis hidroksiapatit dengan karakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi kimia yang dihasilkan pada sampel, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal pada sampel dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan pada sampel.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut, rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana pengaruh waktu pengadukan sintesis batu kapur terhadap hidroksiapatit?
2. Bagaimana pengaruh suhu pemanasan sintesis batu kapur terhadap hidroksiapatit?
3. Bagaimana pengaruh sonikasi dan tanpa sonikasi sintesis batu kapur terhadap hidroksiapatit?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Untuk mengetahui pengaruh waktu pengadukan sintesis batu kapur terhadap hidroksiapatit.
2. Untuk mengetahui pengaruh suhu pemanasan sintesis batu kapur terhadap hidroksiapatit.
3. Untuk mengetahui pengaruh sonikasi dan tanpa sonikasi sintesis batu kapur terhadap hidroksiapatit.

### **1.4 Batasan Masalah**

Batasan masalah penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bahan baku utama yang digunakan adalah batu kapur berasal dari Lampung Selatan.
2. Metode sintesis yang digunakan untuk menghasilkan HAP menggunakan parameter meliputi waktu pengadukan (1 jam dan 3 jam) dan suhu pengadukan proses (30°C, 60°C, 90°C dan 120°C).
3. Kecepatan pengadukan yang digunakan tetap yaitu 300 rpm.
4. Reaktan yang digunakan untuk mensintesis batu kapur menjadi HAP yaitu 0,3 M  $H_3PO_4$  dan 0,5 M  $HNO_3$ .
5. Melakukan sonikasi pada suhu 60°C selama 3 jam.

## 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Memanfaatkan sumber daya batu kapur untuk pembuatan hidroksiapatit.
2. Sebagai sumber rujukan untuk penelitian selanjutnya mengenai sintesis hidroksiapatit ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_6(\text{OH})$ ) dari batu kapur dengan menggunakan metode presipitasi.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Batu Kapur

Batu gamping atau biasa disebut batu kapur, terutama tersusun dari komposisi kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dan berwarna putih. Selain itu, kalsium karbonat juga dapat ditemukan pada stalaktit dan stalagmit di pegunungan. Kalsium karbonat banyak digunakan untuk melengkapi kalsium tanpa adanya kondisi defisiensi, sebagai pengobatan osteoporosis, dan pengobatan hiperfosfatemia (Margareta dkk., 2015). Oleh karena itu, batu kapur digunakan dalam berbagai aplikasi dalam bentuk biomaterial, bahan pengembangan klinis, bidang medis dan dapat digunakan untuk pembuatan hidroksiapatit (HAP).

Saat ini, para ilmuwan mempelajari tentang batu kapur sebagai pengganti kerusakan tulang manusia. Batu kapur yang memiliki komposisi kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) sangat mirip dengan tulang manusia yaitu hidroksiapatit (HAP) yang merupakan unsur atau golongan apatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ). Karena sifat biokompatibel, toksisitas dan osteokonduktif, umumnya digunakan sebagai pengisi tulang buatan dan tulang keropos di bidang kedokteran (Kweh dkk., 1999).  $\text{CaCO}_3$  pada batu kapur memiliki komposisi sekitar 95% dan dapat dimurnikan untuk memperoleh kalsium. Penggunaan HAP juga lebih aman dibandingkan material lain karena dapat mendukung osteointegrasi dengan sempurna tidak menimbulkan toksisitas

lokal ataupun sistemik, dan tidak menghasilkan toksisitas genetik dalam sistem tubuh manusia (Arboleda dkk., 2016).

Kalsium yang ditemukan di alam bergabung dengan karbonat untuk membentuk senyawa kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Untuk memperoleh kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) dapat menggunakan proses sintering atau kalsinasi suhu tinggi. Selama proses ini, kalsium karbonat terpecah menjadi dua molekul kecil, yang terdiri dari atom kalsium ( $\text{Ca}$ ) dan atom oksigen ( $\text{O}$ ) yang digabungkan untuk membentuk  $\text{CaO}$ . Molekul lain yang terdiri dari satu atom karbon dan dua atom oksigen untuk menghasilkan  $\text{CO}_2$  yang akan dilepaskan ke udara. Ketika bubuk kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) dimasukkan dalam air maka akan berlangsung sangat kuat dan akan melepaskan panas. Molekul kalsium oksida dan molekul air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) akan membentuk molekul kalsium hidroksida dengan rumus kimianya adalah  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (Achmadi, 2000).

## **2.2 Tulang Manusia**

Tulang manusia adalah suatu struktur atau jaringan berlapis yang terdiri dari submikron hingga mikron. Komposisi komponen tulang meliputi fase anorganik 60%, fase organik 30% dan air 10% dalam persentase berat, sedangkan persentase volume adalah fase anorganik 40%, fase organik 35% dan air 25% (Sukmana, 2018). Fase organik utama tulang adalah kolagen tipe I (90 % berat) yang terdiri dari beberapa kolagen minor dan berbagai nonkolagen, sedangkan fase anorganik tulang adalah mineral kristalin yang berasal dari mineral alami kalsium fosfat. Mengingat kompleksitas senyawa mineral kalsium fosfat yang menyusun tulang, biasanya diidealkan sebagai hidroksiapatit dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ .

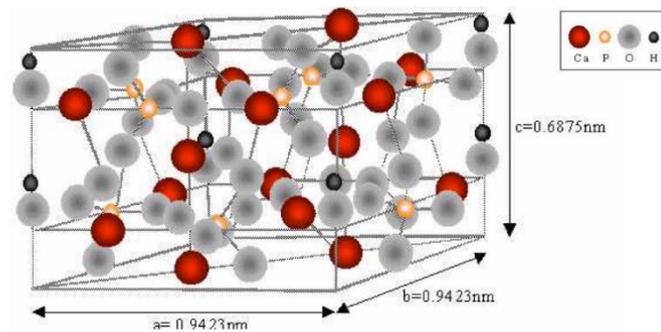
Kristal hidroksiapatit terletak pada serat kolagen di celah antara ujung molekul kolagen (Hutagalung, 2012). Sekitar 65% mineral dalam tulang manusia, terdiri dari hidroksiapatit yang sering digunakan untuk memperbaiki, mengisi, memperkuat dan membangun kembali jaringan tulang dan gigi serta jaringan lunak yang rusak (Azkiya dkk., 2016).

Penggunaan hidroksiapatit (HAP) sebagai bahan implan tulang telah banyak digunakan, salah satu aplikasinya adalah sebagai bahan pelapis logam yang akan ditanamkan ke dalam tubuh manusia sebagai bahan kontak untuk komponen buatan jaringan manusia. Karena komposisi kimia yang mirip dengan komposisi mineral tulang dan gigi, hidroksiapatit dapat memenuhi kebutuhan untuk meningkatkan kristalinitas dan stabilitas kimiawi hidroksiapatit sebagai bahan untuk perbaikan tulang (Darwis dan Warsuti, 2008).

### **2.3 Hidroksiapatit**

Hidroksiapatit (HAP) adalah bahan apatit  $[M_{10}(XO_4)_6Z_2]$  dengan rumus kimia  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$  yang biasa digunakan dalam bidang medis dan kedokteran gigi. Secara umum, struktur kristal berbentuk heksagonal, komposisi unsur penyusun (% berat ideal) yaitu Ca sebesar 39,9%, P sebesar 18,5%, H sebesar 0,2%, O sebesar 41,41% dan rasio kalsium fosfat (Ca/P) yang ideal adalah 1,67. Kalsium terdapat dalam tulang berbentuk senyawa yang digabungkan dengan gugus fosfat ( $PO_4$ ), gugus hidroksil (OH) dan karbonat ( $CO_3$ ) (Purwasasmita dkk., 2008). Senyawa hidroksiapatit dalam tulang dibagi menjadi dua fase yaitu fase amorf dan kristal. Adapun fase stabil kristal hidroksiapatit yang dikenali dengan nama hidroksiapatit (HAP) dengan rumus molekul  $Ca_5(PO_4)_3(OH)$  (Purnama dkk., 2006).

Bentuk HAP menunjukkan struktur kristal monoklinik dan heksagonal dengan parameter kisi  $a = b = 9,42\text{\AA}$ ,  $c = 6,88\text{\AA}$ ,  $\alpha = \beta = 90^\circ$ ,  $\gamma = 120^\circ$ . Struktur kristal senyawa hidroksiapatit ditunjukkan pada **Gambar 2.1** dengan sel satuan mencakup gugus Ca, PO<sub>4</sub> dan OH.



**Gambar 2.1** Struktur kristal hidroksiapatit (Gomes dkk., 2008)

Hidroksiapatit adalah mineral kalsium fosfat dari kelompok mineral tulang manusia dengan rasio Ca/P sebesar 1,67. Kalsium fosfat memiliki sifat kompleks dalam berbagai fase yang dapat digunakan dalam bidang medis, tetapi tergantung pada aktivitas biologi dari kemampuan penyerapan material yang diberikan. Selain itu, kalsium fosfat memiliki berbagai jenis rasio Ca/P seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 2.1**.

**Tabel 2.1** Jenis kalsium ortofosfat dan rasio Ca/P

Mineral	Formula	Ca/P
Monocalcium Phosphate Monohydrate	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,5
Monocalcium Phosphate Anhydrous	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	0,5
Dicalcium Phosphate Anhydrous	$\text{CaHPO}_4$	1
Dicalcium Phosphate Dihydrate	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1
Octacalcium Phosphate (OCP)	$\text{Ca}_5(\text{H}_2\text{PO}_4)_2(\text{PO}_4)4.5\text{H}_2\text{O}$	1,33
$\alpha$ -Tricalcium Phosphate ( $\alpha$ -TCP)	$\alpha - \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,5
$\beta$ -Tricalcium Phosphate ( $\beta$ -TCP)	$\beta - \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,5
Amorphorus Calcium Phosphate (ACP)	$\text{Ca}_n\text{H}_n(\text{PO}_4)_n \cdot \text{NH}_2\text{O}$ , $n=3 - 4,5; 15-20\% \text{H}_2\text{O}$	1-2,2
Calcium Deficient Hydroxyapatite (CDHA)	$\text{Ca}(\text{HPO}_4)_3(\text{PO}_4)_6$ $\text{X}(\text{OH})_2 \cdot \text{X} (0 < \text{X} < 1)$	1,5-1,67
Hydroxyapatite (HAP)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$	1,67
Fluorapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$	1,67
Oxyapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$	1,67
Tetracalcium Phosphate (TTCP)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_2\text{O}$	2

Sebagai gambaran, semakin rendah rasio Ca/P, semakin asam dan larut. Tidak semua senyawa kalsium ortofosfat dapat digunakan sebagai implan di bidang medis. Hanya yang memiliki rasio Ca/P lebih besar dari 1 yang dapat diaplikasikan sedangkan rasio Ca/P kurang dari 1 akan mudah larut karena kelarutan asamnya tinggi sehingga tidak cocok untuk implan tulang (Koutsoukos dkk, 1980).

Alasan mengapa HAP digunakan sebagai biokeramik dibidang medis karena mirip dengan mineral pada tulang dan gigi yang bersifat biokompatibilitas yang bioaktif memungkinkan jaringan di sekitarnya tumbuh menjadi implan dan memiliki pori - pori. Selain itu, ada keuntungan potensial lainnya, termasuk konduktivitas dan termal yang rendah, mirip dengan elastisitas tulang (Purwasasmita dkk., 2008). HAP memiliki banyak karakteristik kristalografi yang mirip dengan jaringan tulang

alami. Kemampuan untuk mengikat jaringan tulang tanpa mengatur jaringan fibrosa pada antarmuka implan tulang sangat penting karena menjamin fiksasi dan stabilisasi implan, sehingga HAP dapat digunakan sebagai pelapis melalui metode spray kedalam implan prostetik (Kweh, 1999).

## **2.4 Sintesis Hidroksiapatit**

Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai cara antara lain sintesis kimia kering dan sintesis kimia basah. Proses sintesis yang berbeda pasti menghasilkan HAP yang berbeda, seperti ukuran partikel, homogenitas ukuran partikel dan bentuk partikel yang dihasilkan.

### **2.4.1 Sintesis Kimia Basah**

Keuntungan utama dari metode kimia basah adalah produk sampingan yang dihasilkan berbentuk air, maka terjadinya pencemaran selama proses sangat rendah, dan biaya yang murah. Sintesis kimia basah untuk menghasilkan hidroksiapatit meliputi metode presipitasi, sol – gel dan hidrotermal (Suci dan Ngapa, 2017).

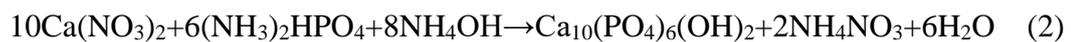
#### *1) Metode Presipitasi*

Presipitasi atau pengendapan adalah reaksi asam basa yang menghasilkan padatan kristalin untuk membentuk garam dan air. Beberapa keuntungan proses presipitasi adalah reaksi kimianya relatif sederhana, ukuran partikel yang diperoleh seringkali sangat baik, komposisi tinggi dapat dengan mudah dicapai pada suhu rendah, prosesnya ekonomis dan sederhana (Saputra dkk., 2016). Metode ini menggunakan beberapa senyawa yang terdiri dari kalsium menggunakan sumber  $Ca^{2+}$  dan fosfat menggunakan sumber  $PO_4^{3-}$  (Mohammad dkk., 2014).

Untuk menggunakan metode ini, ada beberapa metode sebelumnya yang menggunakan kalsium dan fosfat, yaitu kalsium hidroksida  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dan asam fosfat  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , yaitu :



Dalam persamaan 1 merupakan reaksi antara asam ortofosporat dengan kalsium hidroksida menunjukkan kemurnian HAP. Penggunaan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  untuk pembuatan HAP hanya akan menghasilkan produk samping air dan tidak bereaksi dengan unsur lain.



Dalam persamaan 2 reaksi larutan diamonium hidrogen fosfat dengan kalsium nitrat dianggap terlalu mahal dan dapat terjadi pencemaran. Kualitas reagen sangat penting untuk mendapatkan HAP dengan kemurnian tinggi (Gopinath dkk., 2015).

## 2) *Metode Sol - Gel*

Metode sol - gel dapat digunakan untuk dapat memperbaiki sifat kimia dan mengatur komposisi pada suhu rendah. Selama proses ini, suspensi koloid (sol) mengalami transisi fase membentuk fase cair (gel). Reaksi kimia yang diperlukan untuk membentuk struktur apatit tergantung pada sifat kimia masing - masing prekursor. Prekursor yang umum digunakan adalah asam fosfat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) (Pinangsih dkk., 2014).

## 3) *Metode Hidrotermal*

Metode hidrotermal dapat diartikan sebagai proses mineralisasi dalam bentuk reaksi kimia termasuk reaksi kimia pelarut dengan suhu lebih tinggi dan tekanan lebih

tinggi dari 1 atmosfer dalam sistem tertutup, sehingga membentuk kristal yang relatif tidak larut dalam keadaan normal (Hutabarat dkk., 2019).

#### **2.4.2 Sintesis Kimia Kering**

Metode kering sintesis HAP adalah reaksi fase padat yaitu padatan diubah menjadi padatan tanpa menggunakan pelarut. Prinsip yang digunakan dalam metode kering adalah sifat atom yang bergetar lebih cepat pada suhu tinggi dan cenderung menggunakan lebih sedikit bahan kimia (Siswanto, 2013).

Selain itu parameter reaksi seperti laju pengadukan, pH dan suhu reaksi memiliki pengaruh signifikan terhadap kualitas produk HAP dalam tubuhnya dengan ukuran kristalinitas, ukuran kristal, morfologi, distribusi partikel, kepadatan dan luas permukaan (Gopinath dkk., 2015). Waktu dan suhu pengadukan mempengaruhi laju reaksi karena mempercepat tumbukan antar partikel untuk memaksimalkan laju reaksi. Suhu dan lama pengadukan juga akan mempengaruhi pada ukuran kristal, kemurnian kristalinitas, pembentukan fase dan pembentukan morfologi permukaan (Mubarak dkk., 2016). Pada penelitian yang menggunakan metode pembuatan HAP berbasis bahan batuan kapur. Pertama yang dilakukan adalah kalsinasi batu kapur  $\text{CaCO}_3$  dalam tungku pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Kemudian 11,84 g  $\text{CaO}$  dilarutkan dalam 200 ml aquades dan diaduk selama 15 menit. Setelah itu tambahkan 200 ml larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  diaduk dengan kecepatan 300 rpm selama 1 jam menggunakan pengaduk magnet. Larutan yang dihasilkan kemudian dipanaskan hingga  $90^\circ\text{C}$ , dan 1M  $\text{NH}_4\text{OH}$  ditambahkan secara berkala selama operasi untuk membentuk larutan basa dengan pH 10. Efek penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  telah berubah, dari keruh menjadi putih susu. Larutan didinginkan pada suhu kamar selama 24

jam. Kemudian menyaring endapan dalam larutan. Kemudian dioven untuk mengeringkan endapan pada suhu 120°C selama 5 jam (Sirait dkk., 2020).

## **2.5 Ultrasonic Cleaner**

Sonikasi adalah penerapan energi suara selama pengadukan partikel dalam sampel untuk berbagai tujuan. Sonikasi menggunakan energi suara untuk menggerakkan partikel dalam sampel dengan prinsip pemecahan reaksi antar molekul untuk mempercepat pelarutan suatu bahan sehingga terbentuk partikel berukuran nano. Frekuensi ultrasonik batas atas adalah frekuensi yang tidak didefinisikan dengan baik tetapi umumnya dianggap 5 MHz untuk gas dan 500 MHz untuk cairan dan padatan. Penggunaan ultrasound dalam rentang frekuensi yang besar ini dapat dibagi menjadi dua area yaitu pertama berkaitan dengan suara amplitudo rendah (frekuensi lebih tinggi) untuk tujuan analisis untuk mengukur kecepatan dan koefisien penyerapan gelombang dalam medium antara 2 MHz hingga 10 MHz, kedua gelombang energi tinggi (frekuensi rendah) antara 20 Mhz hingga 100 kHz yang biasa digunakan untuk pembersihan, pengelasan plastik dan bahan kimia (Mason and Lorimer, 2002).

Gelombang ultrasonik berguna dalam dekontaminasi permukaan karena gelembung kavitasi didekat padatan bersifat tidak simetris. Hal ini disebabkan oleh aliran molekul pelarut yang sangat cepat di sekitar gelembung kavitasi serta gelombang kejut yang kuat dipancarkan. Kavitasi ultrasonik dalam sistem cair padat juga menghasilkan fenomena energi tinggi (Sulick and Price, 1999). Ultrasonik telah terbukti sangat berguna selama kristalisasi karena dapat mengontrol pertumbuhan kristal dalam media jenuh atau sub - dingin. Hal ini karena gelembung kavitasi

itu sendiri bertindak sebagai inti untuk pertumbuhan kristal, sehingga meningkatkan jumlah inti yang ada dalam media. Dengan memilih kondisi perlakuan ultrasonik yang sesuai, ukuran kristal yang seragam dapat diproduksi. Gelombang ultrasonik melewati medium untuk membuat amplitudo partikel dalam medium bergetar sejajar dengan arah rambat gelombang longitudinal, sehingga partikel dalam medium bergetar untuk membentuk rapatan dan regangan. Ketika gelombang ultrasonik melewati, proses terus menerus menyebabkan kepadatan dan relaksasi dalam medium yang disebabkan oleh getaran periodik partikel (Mason dan Lorimer, 2002). Dibandingkan dengan metode lain, metode ultrasonik memiliki keunggulan yaitu tidak memerlukan temperatur dan stabilizer yang tinggi dalam prosesnya, sehingga relatif murah, cepat, dan dapat diterapkan dalam skala besar (Warastuti dkk, 2017). Alat sonikasi dapat dilihat pada **Gambar 2.2**.



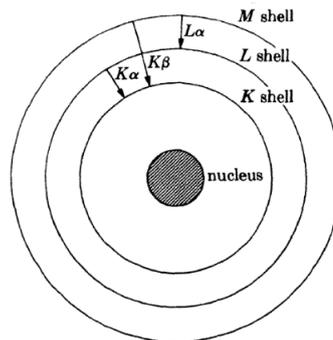
**Gambar 2.2** Alat sonikasi (PRTP - BRIN)

## 2.6 Pengujian

### 2.6.1 *X-ray Fluorescence (XRF)*

*X-Ray Fluorescence (XRF)* adalah salah satu metode analisis yang digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur - unsur yang terkandung dalam bahan. Analisa XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan perhitungan sifat sinar-X akibat efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target

dalam sampel terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X) (Chirikure dkk., 2016). Elektron juga dilepaskan dari sampel dan mengisi kekosongan elektron untuk memancarkan sinar-X yang dikirim ke detektor. Sinyal dari detektor diproses secara elektronik dan dikirim ke komputer, yang kemudian ditampilkan dalam bentuk spektrum (Mulyono dkk., 2012).



**Gambar 2.3** Proses terjadinya sinar-x (Cullity, 1978)

Cara kerja XRF ditunjukkan pada **Gambar 2.3** XRF terjadi ketika tegangan pada tabung sinar-X naik diatas nilai kritis tertentu, karakteristik intensitas tajam maksimum dari logam target muncul pada panjang gelombang tertentu. Sinar-X dapat diserap atau ditransfer ke elektron di kulit yang lebih dalam yang disebut efek hamburan materi. Kekosongan seperti itu menyebabkan keadaan atom tidak stabil. Ketika atom kembali ke keadaan stabil, elektron berpindah ke kulit yang lebih dalam, elektron tersebut dapat terlempar keluar dari kulit K, meninggalkan atom dalam keadaan tereksitasi dan berenergi tinggi. Sebuah elektron dari kulit terluar segera jatuh ke dalam kekosongan di kulit K, dan kekosongan di kulit K dapat diisi dengan elektron dari kulit terluar (kulit L), menghasilkan serangkaian garis spektrum yang disebut  $K\alpha$  dan  $K\beta$ . Demikian pula, kulit L yang berpindah ke kulit M. Akibatnya, semua garis berpindah dari beberapa level ke kulit yang sama. Spektrum garis sinar-X dikelompokkan secara seri K, L dan M (Cullity, 1978).

Spektrum sinar-X dihasilkan dari semua elemen dalam sampel dengan melakukan cahaya pada konsentrasi lebih besar dari 0,840 keV dan mendeteksi lebih dari 0,01%. Hasil XRF disajikan dalam bentuk spektrum hubungan antara energi eksitasi dan intensitas sinar-X. Energi eksitasi mewakili elemen penyusun sampel dan intensitas mewakili nilai kualitas elemen tersebut. Semakin tinggi intensitasnya, semakin tinggi persentase unsur - unsur ini dalam sampel. Metode XRF akan memberikan nilai intensitas total untuk unsur – unsur tertentu dalam semua bentuk senyawa (Cullity, 1978). Alat XRF dapat dilihat pada **Gambar 2.4**.



**Gambar 2.4** Alat XRF (PRTP - BRIN)

### **2.6.2 X-ray Diffraction (XRD)**

*X-Ray Diffraction (XRD)* adalah suatu alat yang digunakan untuk memeriksa struktur kristal atau zat halus suatu sampel. Dengan menggunakan suatu metode, jenis dan sifat mineral tertentu dapat dianalisa dengan mengamati pola difraksi mineral yang dihasilkan. Sinar-X terjadi ketika bahan di radiasi oleh elektron dengan kecepatan tinggi dan tekanan tinggi dalam tabung vakum. Elektron dari filamen (anoda) dipercepat dan mencapai target (katoda) dalam tabung sinar-X, sehingga elektron akan melambat. Beberapa energi kinetik elektron dalam filamen ditransfer ke elektron target, menyebabkan elektron menjadi tidak stabil. Keadaan tidak stabil akan kembali ke keadaan normal dalam beberapa detik, dan energi

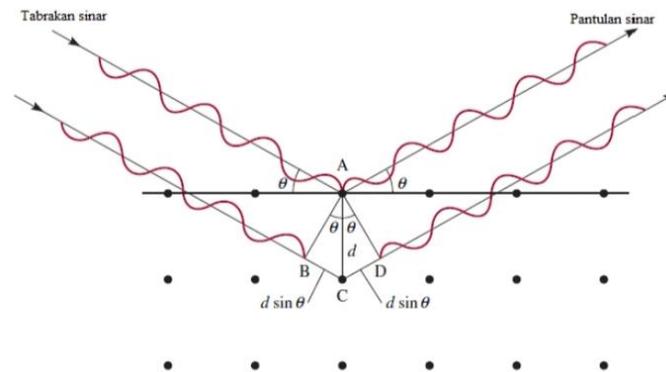
kinetik elektron akan dilepaskan dalam bentuk radiasi gelombang elektromagnetik yang merupakan radiasi sinar-X primer. Semakin cepat elektron mencapai target, semakin banyak elektron yang menabrak (Cullity, 1978).

Sumber kobalt digunakan dalam kombinasi dengan komponen lain berupa pendingin, karena energi yang dilepaskan tinggi dan panas yang dihasilkan selama pembentukan sinar-X. Peralatan komputer dan CPU pada mesin XRD memberikan data difraksi dan mengukur intensitas difraksi di sudut – sudut material. Data yang didapatkan dari XRD adalah intensitas difraksi sinar-X dan sudut  $2\theta$ . Setiap pola XRD mewakili bidang kristal dengan orientasi tertentu (Oktamuliani dkk., 2015). Alat XRF dapat dilihat pada **Gambar 2.5**.



**Gambar 2.5** Alat XRD (PRTP - BRIN)

Prinsip dasar sinar-X berdasarkan hukum Bragg adalah bahwa ketika foton sinar-X bertabrakan dengan atom, beberapa atom dalam berkas datang akan berhamburan ke arah berkas aslinya. Gelombang sinar-X dihamburkan oleh elektron dan mengganggu elektron lainnya. Interferensi ini akan memberikan pola difraksi, posisi dan ketinggian puncak difraksi.



**Gambar 2.6** Model difraksi hukum Bragg (Cullity, 1978)

Bragg menyatakan bahwa gelombang sinar-X yang menembus atom C menempuh lintasan yang sama dengan jarak tempuh  $BC + CD = n\lambda$ . Panjang gelombang yang membentuk sudut  $\theta$  dengan sisi miring tegak lurus terhadap jarak antara dua sinar antara atom adalah  $d \sin \theta$ . (Cullity, 1978). Sehingga persamaan difraksi sinar - X dari kristal adalah :

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (3)$$

Keterangan :

$n$  = Orde difraksi (1,2,3,...)

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X ( $\text{\AA}$ )

$d$  = Jarak antar bidang ( $\text{\AA}$ )

$\theta$  = Sudut difraksi ( $^\circ$ )

Dari hasil data XRD dapat mengetahui ukuran kristalit suatu produk hidroksiapatit.

Perhitungan ukuran kristalit dilakukan dengan menggunakan persamaan *Scherrer* adalah :

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

Keterangan :

$D$  = Ukuran kristalit (nm)

$\beta$  = Pelebaran setengah intensitas maksimum (FWHM) ( $^{\circ}$ )

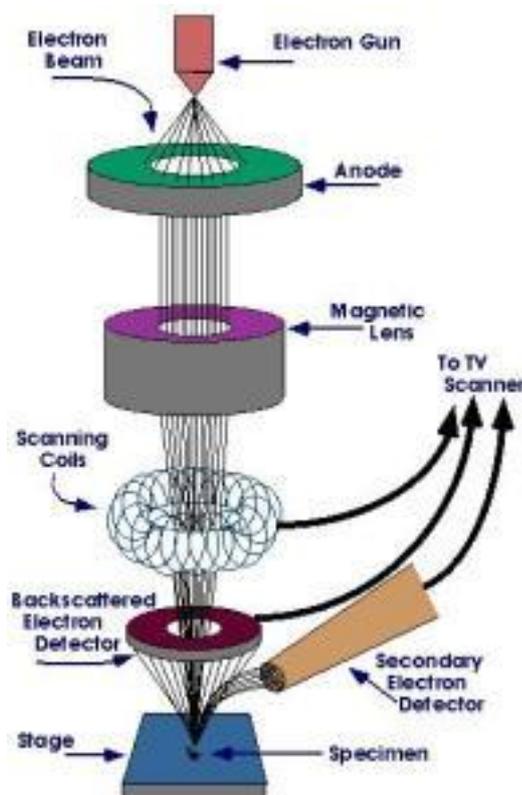
$k$  = Konstanta Scherrer bernilai 0,98

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X yakni 1,54056 nm

$\theta$  = Sudut difraksi ( $^{\circ}$ )

### 2.6.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi materi pada skala nanometer (nm) hingga mikrometer ( $\mu\text{m}$ ). Penggunaan utama SEM adalah untuk mendapatkan gambar topografi dalam rentang perbesaran 10 - 10.000X.



**Gambar 2.7** Skema SEM (Griffin dan Raissen, 1991)

Mikroskop elektron bekerja dengan menembakkan berkas elektron berenergi tinggi dari pistol elektron ke permukaan sampel. Elektron diarahkan ke sampel melalui anoda dan lensa magnetik, kemudian dipantulkan kembali oleh permukaan sampel. Berkas elektron (elektron sekunder) yang dipantulkan sampel akan diterima oleh detektor. Elektron sekunder yang terdeteksi memperkuat sinyal dan kemudian menampilkan amplitudo pada layar monitor dalam pola terang dan gelap. Pada monitor ini, gambar struktur sampel diperbesar dan dapat dilihat. Jenis sinyal yang dihasilkan oleh interaksi berkas elektron dengan sampel yang paling umum digunakan adalah *secondary electron* (SE) dan *backscattered electron* (BSE).

Analisis SEM EDX dilakukan untuk memperoleh gambar permukaan sampel atau sifat material dengan beresolusi sangat tinggi, dan menganalisis komposisi material secara kuantitatif. Ketika sebuah elektron bertabrakan dengan sampel, detektor akan mencatat interaksi yang terjadi dalam sampel tersebut. *Secondary Electron* (SE) adalah sintilator yang memancarkan cahaya ketika mengenai elektron, dan cahaya tersebut diubah menjadi sinyal listrik melalui tabung pengganda fotomulti. Sedangkan *backscattered electron* (BSE) dihasilkan oleh interaksi elektron dengan berenergi tinggi akibat hamburan elastis, dimana elektron tersebut dapat menembus lapisan permukaan sampel yang diperoleh struktur dan bentuk material. Adanya interaksi elektronik yang menghasilkan SE dan BSE pada alat SEM - EDX dapat digunakan untuk menganalisis permukaan (morfologi) sampel dan struktur morfologi (elemen) material (Griffin dan Raiessen, 1991). Alat SEM dapat dilihat pada **Gambar 2.8**.



**Gambar 2.8** Alat SEM (PRTP - BRIN)

## **2.7 Pengolahan Data Dengan Minitab Version 19**

Minitab adalah program komputer yang dirancang untuk melakukan pengolahan statistika. Minitab menggabungkan kemudahan penggunaan microsoft excel dengan kemampuan melakukan analisis statistik yang kompleks. Penggunaan minitab dapat digunakan sebagai alat bantu dalam analisis data hasil penelitian, dapat memberikan validitas hasil perhitungan yang lebih baik dibandingkan hasil perhitungan manual, serta dapat memberikan penyajian hasil pengolahan data yang lebih menarik (Simarmata, 2010).

Pengujian statistik ANOVA merupakan suatu bentuk pengujian hipotesis yang menarik kesimpulan berdasarkan data atau kelompok statistik yang disimpulkan. Pengambilan keputusan dilihat dari pengujian ini dilakukan dengan melihat didalam tabel ANOVA nilai P dengan tingkat signifikansi yang digunakan yaitu sebesar 0,05 dan nilai F dengan tingkat signifikansi yang digunakan yaitu F-tabel. Uji F digunakan untuk menentukan sejauh mana pengaruh satu variabel independen dalam menjelaskan pengaruh perubahan variabel dependen. Uji P pada dasarnya menunjukkan apakah semua variabel independen atau bebas yang dimasukkan

memiliki pengaruh secara bersama terhadap variabel dependen atau terikat. Untuk mengetahui apakah hipotesis sebaiknya diterima atau ditolak, maka akan dilakukan statistik uji P dengan tingkat signifikan 5% atau 0,05 dan uji F dengan tingkat signifikan berdasarkan perhitungan F-tabel. Berikut adalah dasar pengambilan keputusan uji F dan uji P dari pengujian hipotesis (Ghozali, 2016) :

1. Apabila  $F\text{-hitung} > F\text{-tabel}$  atau nilai  $P\text{-value} < 0,05$  maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima yang artinya variabel independen secara bersama mempengaruhi variabel dependen.
2. Apabila  $F\text{-hitung} < F\text{-tabel}$  atau nilai  $P\text{-value} > 0,05$  maka  $H_1$  ditolak dan  $H_0$  diterima yang artinya variabel independen secara bersama tidak mempengaruhi variabel dependen.

Hipotesis satu ( $H_1$ ) adalah kesimpulan sementara bahwa sudah dilakukan suatu penelitian dan hubungan antar variabel yang sudah dipelajari dari teori-teori yang berhubungan dengan masalah tersebut. Untuk pengujian  $H_1$  diperlukan suatu pembandingan yaitu hipotesis nol ( $H_0$ ) juga dikenal sebagai hipotesis statistik adalah pernyataan tentang nilai satu atau lebih parameter yang merupakan status saat ini dan biasanya tidak ditolak kecuali data sampel menyimpulkan dengan kuat bahwa hipotesis ini salah digunakan sebagai dasar pengujian (Simarmata, 2010).

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan September 2021 sampai dengan Januari 2022 bertempat di Laboratorium non logam dan Laboratorium Analisa di Pusat Riset Teknologi Pertambangan – Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN).

#### 3.2 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.1** dan **Tabel 3.2**.

**Tabel 3.1.** Alat penelitian.

No.	Nama Alat	Fungsi Alat
1.	XRF	Untuk mengkarakterisasi komposisi kimia
2.	XRD	Untuk mengkarakterisasi struktur kristal
3.	SEM	Untuk melihat permukaan citra suatu bahan
4.	Sonikasi	Untuk mempercepat pemecahan partikel
5.	Timbangan	Sebagai tempat menimbang bahan
6.	Mortar	Sebagai tempat menghaluskan bahan
7.	Gelas Ukur	Sebagai tempat mengukur air
8.	Furnace	Sebagai tempat pemanasan bahan
9.	Kertas Saring	Sebagai memisahkan cairan dan endapan
10.	Stirrer	Sebagai tempat mengaduk bahan
11.	Ayakan	Sebagai menyaring bahan
12.	Gelas Beker	Sebagai wadah untuk mereaksikan larutan
13.	Buret	Sebagai tempat meneteskan larutan

**Tabel 3.2.** Bahan penelitian

No.	Bahan	Keterangan
1.	Batu Kapur	
2.	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	PA 85%
3.	HNO <sub>3</sub>	PA 65%
4.	Aquades	

### 3.3 Prosedur Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan melalui proses seperti berikut ini:

#### 3.3.1 Preparasi Sampel

Preparasi sampel dilakukan dengan tahap sebagai berikut:

1. Melakukan penggilingan batu kapur (CaCO<sub>3</sub>) dengan *ball mill* selama 4 jam.
2. Melakukan pengayakan batu kapur lolos 200 mesh.
3. Melakukan pembakaran batu kapur pada suhu 900°C selama 4 jam untuk memperoleh CaO.

#### 3.3.2 Proses Sintesis Metode Presipitasi

Pada proses sintesis metode presipitasi dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menimbang sebanyak 7,44 gram serbuk CaO dan di tambahkan 100 mL aquades diaduk selama 1 jam pada suhu 90°C yang akan menjadi Ca(OH)<sub>2</sub>.
2. Menambahkan larutan 0,3 M H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sebanyak 100 ml fosfat dengan buret dengan kecepatan putar 300 rpm.
3. Melakukan waktu pengadukan 1 jam dan 3 jam dengan suhu pengadukan 30°C, 60°C, 90°C dan 120°C.
4. Menambahkan larutan 0,5 M HNO<sub>3</sub> secara perlahan hingga diperoleh pH 10.

5. Melakukan sonikasi pada suhu 60°C selama 3 jam pada sampel yang akan di sonikasi.
6. Melakukan pendinginan selama 24 jam.
7. Melakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring untuk mendapatkan endapannya.
8. Melakukan pengovenan endapan dengan suhu 120°C selama 4 jam.

### **3.3.3 Karakterisasi XRF**

Karakterisasi menggunakan XRF ini bertujuan untuk mengetahui komposisi bahan setelah beberapa perlakuan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Dilakukan pengayakan hingga bubuk sampel lolos saringan 320 mesh.
2. Dilakukan uji sampel menggunakan XRF.

### **3.3.4 Karakterisasi XRD**

Karakterisasi menggunakan XRD ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal bahan setelah beberapa perlakuan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Dilakukan pengayakan hingga bubuk sampel lolos saringan 320 mesh.
2. Dilakukan uji sampel menggunakan XRD.

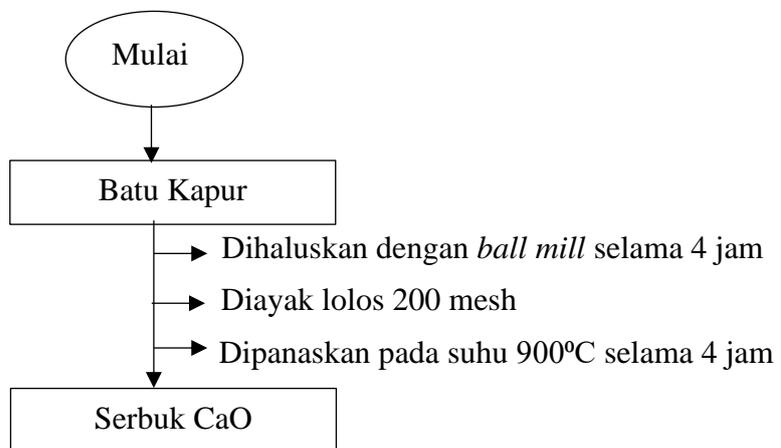
### **3.3.5 Karakterisasi SEM**

Karakterisasi menggunakan SEM ini bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan, sampel setelah beberapa perlakuan dilakukan tahapan sebagai berikut:

1. Dilakukan pengayakan hingga bubuk sampel lolos saringan 320 mesh.
2. Dilakukan uji sampel menggunakan SEM.

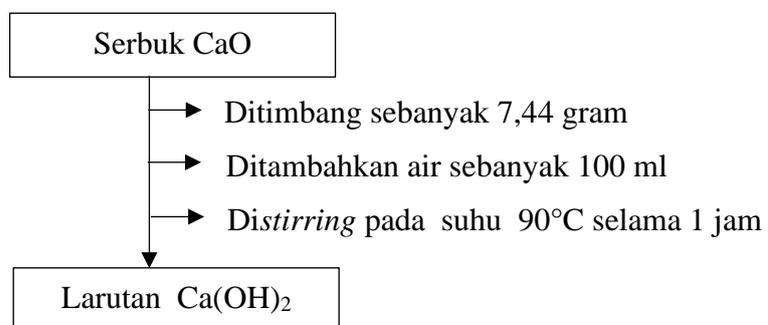
### 3.4 Diagram Alir

#### 3.3.1 Pembuatan Serbuk Batu Kapur



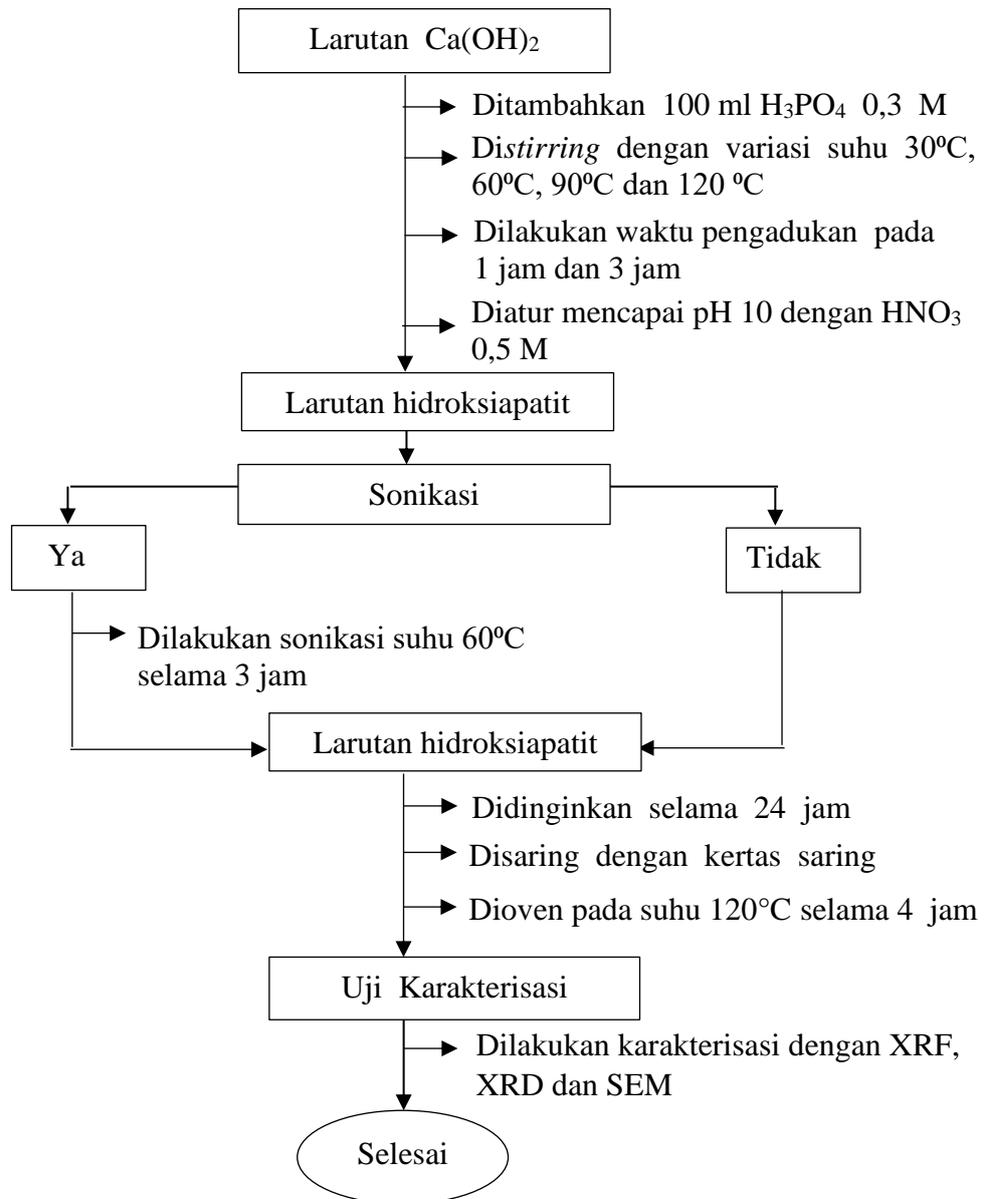
**Gambar 3.1** Diagram alir pembuatan serbuk CaO

#### 3.3.2 Pembuatan Larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$



**Gambar 3.2** Diagram alir pembuatan larutan  $\text{Ca}(\text{OH})_2$

### 3.3.3 Pembuatan Hidroksiapatit Dengan Metode Presipitasi



**Gambar 3.3** Diagram alir pembuatan hidroksiapatit dengan metode presipitasi

### 3.5 Kode Sampel

Kode sampel yang digunakan dalam penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.3**.

**Tabel 3.3** Kode sampel penelitian

<b>NO</b>	<b>Kode Sampel</b>	<b>Keterangan</b>
1.	HTS301	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 30°C selama 1 jam
2.	HTS601	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 60°C selama 1 jam
3.	HTS901	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 90°C selama 1 jam
4.	HTS1201	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 120°C selama 1 jam
5.	HTS303	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 30°C selama 3 jam
6.	HTS603	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 60°C selama 3 jam
7.	HTS903	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 90°C selama 3 jam
8.	HTS1203	Hidroksiapatit tanpa sonikasi 120°C selama 3 jam
9.	HS301	Hidroksiapatit sonikasi 30°C selama 1 jam
10.	HS601	Hidroksiapatit sonikasi 60°C selama 1 jam
11.	HS901	Hidroksiapatit sonikasi 90°C selama 1 jam
12.	HS1201	Hidroksiapatit sonikasi 120°C selama 1 jam
13.	HS303	Hidroksiapatit sonikasi 30°C selama 3 jam
14.	HS603	Hidroksiapatit sonikasi 60°C selama 3 jam
15.	HS903	Hidroksiapatit sonikasi 90°C selama 3 jam
16.	HS1203	Hidroksiapatit sonikasi 120°C selama 3 jam

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan analisa data yang telah dilakukan diperoleh beberapa simpulan sebagai berikut

1. Waktu dan suhu pengadukan optimum pada sampel sintesis hidroksiapatit tanpa sonikasi suhu 60°C selama 3 jam (HTS603), sedangkan pada sampel sintesis hidroksiapatit sonikasi suhu 120°C selama 1 jam (HT1201). Waktu pengadukan, suhu pengadukan dan sonikasi dapat berpengaruh untuk menghasilkan hidroksiapatit dan juga batu kapur berpotensi untuk pembuatan hidroksiapatit.
2. Berdasarkan pengujian XRD pada sintesis hidroksiapatit tanpa sonikasi dan sonikasi terbentuknya struktur kristal hexagonal dengan fase *hidroksiapatit* ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_2)_6(\text{OH})_2$ ), struktur kristal rhombohedral dengan fase *calcite* ( $\text{CaCO}_3$ ), tetapi terdapat struktur kristal hexagonal dengan fase *calcite* ( $\text{SiO}_2$ ). Ukuran kristal yang dihasilkan didapatkan sebesar 12,0 nm sampai 67,5 nm.
3. Berdasarkan pengujian SEM EDX, bahwa partikel masih membentuk agregat yang ukurannya tidak rata dan masih mengalami penggumpalan.

## 5.2. Saran

Saran dari penelitian yang dapat dilakukan untuk perkembangan riset selanjutnya adalah sebagai berikut.

1. Menaikan konsentrasi pada  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dan  $\text{HNO}_3$  untuk memperoleh sintesis hidroksiapatit yang lebih baik.
2. Menaikan kecepatan pengadukkan untuk memperoleh sintesis hidroksiapatit yang lebih baik.

## DAFTAR PUSTAKA

- Achmadi, Suminar. 2000. *Jendela IPTEK*. PT Balai Pustaka. Jakarta.
- Amalia, V., Hadisantoso, E. P., Hidayat, D., Diba, R. F., Dermawan, M. F., dan Tsaniyah, S. W. 2018. Isolasi Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Limbah Tulang Hewan. *Alchemy Of Chemistry*, Vol. 5, No. 4, pp. 114-120.
- Anitha, P., dan H. M. Pandya. 2014. Synthesis Characterization and Antimicrobial Activity of Nano Hydroxyapatite via Sol-Gel Method. *Journal of Nanotechnology Research and Practice*. Vol. 3, No. 3, pp. 120 – 125.
- Arboleda, A., Franco, M., Caicedo, J., and Goyes, C. 2016. Synthesis and Chemical and Structural Characterization of Hydroxyapatite Obtained From Eggshell and Tricalcium Phosphate. *Materials Engineering*, Vol. 78, No. 1, pp. 71–78.
- Asregi, A., dan Jumriana, R. 2020. Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Ikan Patin (*Pangasius Nasutus*) Melalui Metode Presipitasi. *Jurnal Ilmu Kimia Dan Terapan*. Vol. 4, No. 1, pp. 12-16.
- Azkiya, F., Prasetya, E. D., Putri, A., dan Rosiana, S. W. 2016. Sintesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batuan Kapur Alam Dengan Metode Kaustik Soda (Kajian Konsentrasi HNO<sub>3</sub>). *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 17, No. 1, pp. 31–34.
- Charlena., Sugeng, B., dan Astuti, P. L. 2015. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Sawah (*Bellamya Javanica*) dengan Metode Simultan Presipitasi Pengadukan Berganda. *Prosiding semirata*. pp. 284 - 293.
- Chirikure, S., Robert B. H., dan David K. 2016. The Technology of Tin Smelting in The Rooiberg Valley, Limpopo Province South Africa, Ca. *Journal of Archaeological Science*, Vol. 37, No. 2010, pp. 1656–69.
- Cullity, B. D. 1978. Element of X-Ray Diffraction. In *Addison-Wesley Publishing Company*.
- Darwis, D., dan Warsuti, Y. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) Sebagai Graft Tulang Sintetik. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi*, Vol. 4, No. 2, pp. 143-153.

- Gomes, J. F. G., Cristina C., Silva, Miguel A., Hoyos, M., Silva, R., and Vieira, T. 2008. An Investigation of the Synthesis Parameters of the Reaction of Hydroxyapatite Precipitation in Aqueous Media. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, Vol. 6, No. 1, pp 1-10
- Gopinath, N. M., John, J. Nagappan, N., Prabhu, S., dan Kumar, E. S. 2015. Evaluation of Dentifrice Containing Nano-Hydroxyapatite for Dentinal Hypersensitivity: A Randomized Controlled Trial. *Journal of International Oral Health*, Vol. 7, No. 8, pp. 118–112.
- Ghozali, I. 2016 *Aplikasi Analisis Multivariate Dengan Program IBM SPSS 23 Edisi 8*. Badan Penerbit Universitas Diponegoro. Semarang
- Griffin, B. J., and Raissen, V. A. 1991. *Scanning Electron Microscopy Course Notes*. The University of Western Australia, Nedlands.
- Hutabarat, G. S., Qodir, D. T., Setiawan, H., dan Noviyanti, A. R. 2019. Sintesis Komposit Hidroksiapatit-Lantanum Oksida (HA-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan Metode Hidrotermal secara In-Situ dan Ex-Situ. *Jurnal Penelitian Kimia*, Vol. 15, No. 2, pp. 287-301.
- Hutagalung, S. D. 2012. *Materials Science and Technology*. InTech.
- Jamarun, N., Azharman, Z., Arief, S., and Sari, T, P. 2015. Effect of Temperature on Synthesis of Hydroxyapatite From Limestone. *Journal Chemistry*, Vol. 8, No.1, pp. 133-137.
- Khoiriyah, M., dan Cahyaningrum S, E. Sintesis dan Karakterisasi Bone Graft dari Komposit /Kolagen /Kitosan (HA/Coll/Chi) Dengan Metode Ex-Situ Sebagai Kandidat Implan Tulang. *Journal of Chemistry*, Vol. 7, No. 1, pp. 25-9
- Kosachan, N., Jaroenworoluck, A., Jiemsiriler, S., Jinawath, S., and Steven, R. 2015. Hydroxyapatite Nanoparticle Formed Under Water Mechanochemical Method. *Journal Of Biomedical Materials Research*, Vol. 00, No. B, pp. 1-9.
- Koutsoukos, P., Amjad, Z., Tomson, M.B., dan Nancollas, G.H. 1980. Crystallization of Calcium Phosphates. *Journal of the American Chemical Society*. Vol. 102, No. 5, pp. 1553 – 1557.
- Kumar, R., Prakash, K. H., Cheang, P., and Khor, K. A. 2004. Temperature Driven Morphological Changes of Chemically Precipitated Hydroxyapatite Nanoparticles. *Lagmuir*. Vol. 20, pp. 5196-5200.
- Kweh, S. W. K., Khor, K. A., and Cheang. P. 1999. The Production and Characterization of Hydroxyapatite (HA) Powders. *Journal of Materials Science*, Vol. 90, pp. 373-377.

- Margareta, M. A. H., Abdulloh Fuad., Surjani W., dan Siti, A. I. 2015. Sintesa Hydroxyapatite ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) Berbasis Batu Kapur. *Jurnal Penelitian Fisika Dan Aplikasinya (JTAF)*, Vol. 5, No. 1, pp. 15–20.
- Mason, T., and Lorimer, J. P. 2002. Applied Sonochemistry. *The Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*.
- Mawadara, P. A., Mozartha, M., dan K, Trisnawaty. 2016. Pengaruh Penambahan Hidroksiapatit dari Cangkang Telur Ayam Terhadap Kekerasan Permukaan GIC. *Jurnal Material Kedokteran Gigi*, Vol. 2 No. 5, pp. 8-14.
- Mohammad, N. F., Othman, R., dan Yeoh, F. Y. 2014. Nanoporous Hydroxyapatite Preparation Methods for Drug Delivery Application. *Red. Adv. Mater. Sci*, Vol. 38, No. 2014, pp. 138–47.
- Mubarak, F., Fadli, A., dan Akbar, F. 2016. Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit Menggunakan Metode Presipitasi Dengan Pencampuran Langsung. *Jurnal Fteknik*, Vol. 3, No. 1, pp. 1-6.
- Mulyono., Sukandi., Sihono., Rosidi., dan Irianto, B. 2012. Kalibrasi Tenaga dan Standar Menggunakan Alat X-Ray Fluorescence (XRF) untuk Analisis Zirkonium dalam Mineral. *Prosiding Seminar*, pp. 228-232.
- Oktamuliani S., Samsidar, N. Mz., dan Nehru. 2015. Identifikasi Mineral Pada Batuan Granit di Geopark Merangin Provinsi Jambi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) Dan Scanning Electron Microscopy. *JoP*, Vol. 1, No.1, pp. 12–17.
- Pinangsih, A. C., Wardhani, S., dan Darjito. 2014. Sintesis Biokeramik Hidroksiapatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) Dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Sol - Gel. *Jurnal Jurusan Kimia*, Vol. 2, No. 2, pp. 154-162.
- Purnama, E. F., Nikmatin, S., dan Langenati, R. 2006. Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Hidroksiapatit dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (*Synthetic Body Fluid*). *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 1, No. 5, pp. 154-162.
- Purwasasmita, B. S., dan Gultom, R. G. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit Skala Sub - Mikron Menggunakan Metode Presipitasi. *Jurnal Forum Nuklir*, Vol. 10, No. 2, pp. 155–167.
- Priyanto, Agus. 2018. Pengaruh Sumber Batu Kapur Terhadap Kualitas Produk Hidroksiapatit Dengan Media Ethanol. *Skripsi. Universitas Lampung. Lampung*.
- Rumengan, F., Raya, I., dan Maming. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit [ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ] Dari Batu Kapur Dengan Metode Sol Gel. *Jurnal Kimia*. Vol. 1, No. 1, pp. 1–27.

- Saputra, F., Fadli, Ahmad., dan Amri, A. 2016. Kinetika Reaksi Pada Sintesis Hidroksiapatit Dengan Metode Presipitasi. *FTEKNIK*, Vol. 3, No. 1, pp. 1-6.
- Simarmata, J. 2010. *Rekayasa Perangkat Lunak*. Andi. Yogyakarta.
- Sirait, M., Sinulingga, K., dan Siregar, R. S. D. 2020. Synthesis of Hydroxyapatite from Limestone by Using Precipitation Method. *Journal of Physics*, Vol. 1, pp. 1-8.
- Siswanto, C. H. 2013. Sintesis dan Pencirian Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Hijau Dengan Metode Kering. *Skripsi*. Institut Teknologi Bandung.
- Suci, I. A., dan Ngapa, Y. D. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit (Hap) dari Cangkang Kerang Ale-Ale Menggunakan Metode Presipitasi Double Stirring. *Cakra Kimia*, Vol. 8, No. 2, pp. 73-81.
- Sukmana, I., Hendriyanto, A., Savetlana, S., dan Tarkono. 2018. The Effect on Parameter Sintering on the Properties of Hydroxyapatite from Local Limestone for Bone Implant Application. *Journal of Human*, Vol. 1, pp. 1-6.
- Suslick, K. S., and Price, G. J. 1999. Applications Of Ultrasound To Materials Chemistry. *Annual Review of Materials Science*, Vol. 29, No. 1, pp. 295–326.
- Suryadi, 2011. Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. *Tesis Magister*. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia. Depok.
- Warastuti, Y., Abbas, B., dan Suryani, N., 2017. Konversi Koral Laut Menjadi Hidroksiapatit Dengan Metode Sonikasi. *Jurnal Kimia Dan Kemasan*, Vol. 39, No. 2, pp. 79–86