



## Effect of Phosphate Addition and Exposure of Micro Waves on Comparatives Ca/F in Gypsum Waste: Preliminary Study of Hydroxyapatite Synthesis (HAp) from Ceramics Gypsum Industry Waste

Dewantoro <sup>a,\*</sup>, Margareta Novian Cahyanti <sup>a</sup>, dan Sri Hartini <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Kristen Satya Wacana, Salatiga, Indonesia

\* Corresponding author: [652013046@student.uksw.edu](mailto:652013046@student.uksw.edu)

<https://doi.org/10.14710/jksa.21.4.218-223>

### Article Info

#### Article history:

Received: 8 August 2018  
 Revised: 25 October 2018  
 Accepted: 26 October 2018  
 Online: 31 October 2018

#### Keywords:

hidroksiapatit (HAp);  
 gypsum; hydrothermal  
 method; *Atomic  
 Absorption Spectrometer  
 (AAS)*; *Fourier Transform  
 Infrared (FTIR)*; *X-Ray  
 Diffraction (XRD)*

### Abstract

This study aims to conduct an initial study of hydroxyapatite synthesis from ceramic gypsum waste. The parameters of the synthesis process carried out were variations in the time of the hydrothermal process namely 10, 20, 30, 40 and 50 minutes. The time variation was studied to study the effect of time on the hydroxyapatite character of gypsum waste. The initial synthesis process was conducted by looking at the comparison of Phosphate and Calcium levels in gypsum. In this study the results of the highest Phosphate levels obtained were 0.607% in the 10<sup>th</sup> minute, while the largest Calcium levels were obtained in the 30<sup>th</sup> minute which was 0.171%. The treatment in the 30<sup>th</sup> minute gave the most optimal difference in effect which was 0.413. FTIR results showed the emergence of hydroxyapatite peaks namely –OH, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> and Ca–O, as well as the increase in the intensity of the peak of gypsum powder before treatment and after treatment. While the XRD results strengthened the presence of hydroxyapatite in gypsum with the presence of high peaks at  $2\theta = 31.08^\circ$ ;  $32.14^\circ$  and  $33.45^\circ$  respectively which indicated the presence of hydroxyapatite. While the main impurities in the synthesized hydroxyapatite are carbonates identified from FTIR results.

### Abstrak

#### Kata Kunci:

hidroksiapatit (Hap);  
 gipsum; hidrotermal;  
*Atomic Absorption  
 Spectrometer (AAS)*;  
*Fourier Transform Infra  
 Red (FTIR)* dan *X-Ray  
 Diffraction (XRD)*

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan studi awal sintesis hidroksiapatit dari limbah gipsum keramik. Parameter proses sintesis yang dilakukan adalah variasi waktu proses hidrotermal yaitu 10, 20, 30, 40 dan 50 menit. Variasi waktu dikaji untuk mempelajari pengaruh waktu terhadap karakter hidroksiapatit limbah gipsum. Proses sintesis awal dilakukan dengan melihat perbandingan kadar Fosfat dan Kalsium dalam gipsum. Dalam penelitian ini hasil kadar Fosfat yang didapat terbesar adalah 0,607% pada menit ke 10, sedangkan kadar Kalsium terbesar didapat pada menit ke-30 yaitu 0,171%. Perlakuan pada menit ke-30 memberikan pengaruh beda nyata yang paling optimal yaitu 0,413. Hasil FTIR menunjukkan munculnya puncak-puncak hidroksiapatit yaitu –OH, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> dan Ca–O, serta terjadinya kenaikan intensitas puncak serbuk gipsum sebelum perlakuan dan setelah perlakuan. Sementara hasil XRD memperkuat adanya hidroksiapatit dalam gipsum dengan adanya puncak-puncak tinggi pada  $2\theta = 31,08^\circ$ ;  $32,14^\circ$  dan  $33,45^\circ$  secara berurutan yang menunjukkan adanya hidroksiapatit. Sementara pengotor utama dalam hidroksiapatit hasil sintesis adalah karbonat yang diidentifikasi dari hasil FTIR.

## 1. Pendahuluan

Kebutuhan masyarakat akan keramik meningkat 10–15 persen dengan volume mencapai 385–402 juta m<sup>2</sup> pada tahun 2016. Peningkatan permintaan keramik dalam masyarakat adalah guna renovasi bangunan, aksesoris rumah, dan properti yang lainnya. Semakin meningkatnya keramik yang diproduksi, maka semakin banyak pula limbah yang dihasilkan. Gypsum adalah salah satu limbah yang dihasilkan dalam produksi keramik. Gypsum adalah bentuk hemihidrat dari kalsium sulfat dihidrat, dengan rumus kimia (CaSO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O [1]. Gypsum merupakan masa yang padat dan berwarna abu-abu, merah atau coklat. warna tersebut disebabkan adanya zat lain seperti tanah liat, oksidasi besi, anhidrat, karbokhidrat, sedikit SiO<sub>2</sub> atau oksida logam lain.

Menurut Surya [1], secara umum gypsum memiliki komposisi kimia sebagai berikut: Ca (23,28%), H (2,34%), CaO (32,57%), H<sub>2</sub>O (20,93%), S (18,62). Menurut Ardhiyanto *dkk.* [2], komposisi dalam gypsum dari limbah PT. Petrokimia Gresik sebagai berikut: SiO<sub>2</sub> (2,4%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,07%), CaO (52,39%), P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (0,85%), SO<sub>3</sub> (43,59%), TiO<sub>2</sub> (0,08%), CuO (0,03%), SrO (0,45%), Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,14%). Dari data tersebut, kandungan yang cukup besar dalam gypsum adalah Ca dan CaO. Menurut Nayak [3] komponen utama penyusun HAp adalah kalsium dan fosfat dengan rumus molekul Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>. Kalsium dan fosfat merupakan komponen utama mineral pada tulang dan gigi. Untuk memperoleh material substitusi tulang dan gigi yang tepat dengan menggunakan modifikasi senyawa kalsium dan fosfat, yaitu dengan cara mencampurkan prekursor kalsium dan fosfat melalui proses sintesis [3]. Hal ini tentu dapat dijadikan sebagai titik terang untuk memanfaatkan gypsum sebagai bahan dasar sintesis pembuatan biokeramik Hidroksiapatit (HAp) guna mengurangi limbah gypsum.

Beberapa penelitian tentang hidroksiapatit (HAp) antara lain oleh Sedyono dan Tontowi [4] yang memanfaatkan gypsum alami dari Kulon Progo dengan proses dan karakterisasi FTIR dan penelitian HAp oleh Wadu *dkk.* [5] yang menggunakan kerabang telur ayam untuk mendapatkan HAp. Sementara Puspa dan Asmi [6] menggunakan tulang sapi untuk menghasilkan HAp. Mahreni *dkk.* [7] mengatakan sudah banyak penelitian tentang HAp alami, akan tetapi di Indonesia masih menggunakan HAp sintesis yang diimpor dari luar negeri. Menurut Kalita dan Verma [8], sintesis hidroksiapatit dengan *microwave* memiliki beberapa kelebihan yaitu waktu sintesis yang lebih singkat, pemanasan yang teratur, reaksi yang cepat, mudah diproduksi, distribusi partikel yang miring, memiliki yield tinggi, kemurnian tinggi dan efisiensi transformasi energi dan tanpa pemanasan volume. Berdasarkan latarbelakang yang ada, penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan hidroksiapatit (HAp) dari limbah gypsum dengan metode hidrotermal dan karakteristik menggunakan *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk menghasilkan hidroksiapatit yang baik.

## 2. Bahan dan Metode

### 2.1. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah limbah gypsum, sedangkan bahan kimia yang digunakan adalah *ammonium dihydrogen phosphate* (ADP), amonium molibdat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, asam askorbat, HNO<sub>3</sub>, HCl<sub>pekat</sub> dan aquades. Piranti yang digunakan antara lain blender, neraca analitik, glass beaker, gelas labu, spatula, ayakan, cawan petri, pipet, magnetic stirrer, kertas saring, kertas PH, Spektrofotometer UV-Vis, *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS), microwave, *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) Shimadzu IRPrestige-21 dan XRD X-Ray Diffraction (XRD) Bruker Advence 8.

### 2.2. Metode

#### 2.2.1. Sintesis Limbah Gypsum [4].

Sebanyak 2,5 gr serbuk gypsum dilarutkan ke dalam 20 mL larutan ADP dan dihomogenkan. Larutan dimasukkan ke dalam microwave dan dipanaskan pada suhu 94°C selama 10, 20, 30, 40 dan 50 menit. Larutan kemudian dicuci dengan aquades dan disaring. Larutan kemudian dikeringkan dengan microwave dengan suhu 40°C selama 4 jam.

#### 2.2.2. Penentuan Kadar Fosfat dengan alat Spektrofotometer UV-Vis [9]

Pembuatan Reagen PB Amonium molibdat ditimbang sebanyak 1,5 g, dilarutkan dalam 30 mL akuades, dipanaskan pada suhu 60°C, disaring dan didinginkan. Ditambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebanyak 3,42 mL, digenapkan hingga 100 mL dengan akuades. Reagen PC dibuat dengan cara asam askorbat menimbang sebanyak 0,1 g, dan dilarutkan dalam 25 mL akuades. Setelah itu pembuatan kurva standar. Larutan standar diambil sebanyak 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 mL, masing-masing ditambahkan akuades agar totalnya menjadi 2 mL, ditambahkan 1 mL reagen PB dan 0,4 mL reagen PC, lalu diinkubasi selama 15 menit, diukur pada λ 650 nm.

Untuk menentukan Kadar Fosfat Sampel (HAp) adalah dengan cara serbuk HAp ditimbang sebanyak 2,5g, dilarutkan dalam 25 mL larutan campuran HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (7:3) (v:v), lalu dipanaskan pada suhu 150°C, dinginkan pada suhu ruang. Diambil 2 mL larutan sampel, ditambahkan reagen PB ditambahkan sebanyak 2 mL dan ditambahkan 0,4 mL reagen PC. Diinkubasi selama 15 menit. Kadar Kalsium ditentukan dengan metode AAS [10]. Sebanyak 1 g serbuk gypsum ditambahkan kedalam 10 mL HCl<sub>pekat</sub>, diukur menggunakan AAS pada λ 422,7 nm [4]. Hasil terbaik yang didapatkan dalam penentuan kadar fosfat dan kadar kalsium kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1. Variasi waktu pemanasan

Di bawah ini adalah hasil rata-rata yield yang diperoleh dalam limbah gipsum keramik dengan 5 perlakuan 5 ulangan.

Tabel 1. Prosentase rendemen serbuk gipsum dengan variasi waktu pemanasan

Perlakuan	10 Menit	20 Menit	30 Menit	40 Menit	50 Menit
$\bar{x} \pm SE$	73,11 ± 0.1697	85,32 ± 0.0632	82,62 ± 0.0921	82,54 ± 0.0669	96,01 ± 0.0829

Tabel 1 menunjukkan bahwa *yield* mengalami kenaikan sesuai peningkatan waktu analisis dan paling besar pada variasi waktu 50 menit yaitu 96,01% (w/w). Hal ini sesuai dengan penelitian Kalita dan Verma [8], bahwa sintesis dengan *microwave* memiliki *yield* relatif tinggi. Sintesis dengan pemanasan *microwave* merupakan proses sintesis tanpa menghasilkan produk padatan sampingan. Pemanasan *microwave* berbeda dari pemanasan konvensional, dengan cara, bahwa panas dihasilkan secara internal di dalam material bukan berasal dari sumber pemanas eksternal dan transfer radiasi selanjutnya. Pembentukan HAp terjadi dalam suasana basa dengan sejumlah asam dan sejumlah molekul air

#### 3.2. kadar fosfat mg/g

Di bawah ini adalah hasil rata-rata kadar fosfat yang diperoleh dalam limbah gipsum keramik dengan 5 perlakuan 5 ulangan.

Tabel 2. Prosentase kadar fosfat (mg/g)

Perlakuan	10 Menit	20 Menit	30 Menit	40 Menit	50 Menit
$\bar{x} \pm SE$	0.6068 ± 0.0016	0.5134 ± 0.0024	0.4171 ± 0.0013	0.3891 ± 0.0001	0.3831 ± 0.0001

Hasil kadar fosfat yang didapat dari limbah gipsum dengan menggunakan proses hidrotermal tertinggi di tunjukkan pada menit ke-10 yaitu 0,607% (mg/g). Semakin lama proses yang diberikan pada sampel mengakibatkan penurunan nilai kadar fosfat yang didapatkan. Hal ini dibuktikan dengan hasil pada Tabel 2 di mana semakin lama waktu yang diberikan maka semakin menurun kadar fosfat yang akan didapat. Penurunan kadar fosfat dalam penelitian ini disebabkan oleh adanya pengaruh panas yang diberikan oleh *microwave*. Suhu panas disini berperan sangat penting dalam pembentukan fosfat, di mana ketika fosfat berada dalam suhu panas yang cukup lama, maka fosfat akan mengalami kerusakan karakter. Kadar fosfat yang besar dibutuhkan dalam penelitian ini karena ketika diaplikasikan dalam pasta gigi maka akan semakin maksimal dalam mencegah lubang pada gigi serta karies pada gigi. Batas maksimal kandungan fosfat dalam pasta gigi yang diizinkan di Indonesia adalah 0.15%, hal ini berarti dalam penelitian ini kadar fosfat yang didapatkan masih mendekati dari batas maksimal.

#### 3.3. Kadar Kalsium

Di bawah ini adalah hasil rata-rata kadar kalsium yang diperoleh dalam limbah gipsum keramik dengan 5 perlakuan 5 ulangan.

Tabel 3. Prosentase kadar kalsium (mg/g)

Perlakuan	10 Menit	20 Menit	30 Menit	40 Menit	50 Menit
$\bar{x} \pm SE$	0.1338 ± 0.0074	0.14594 ± 0.0083	0.1712 ± 0.0095	0.1553 ± 0.0087	0.1623 ± 0.0091

Penetapan kadar kalsium dapat dilakukan dengan beberapa metode, di antaranya adalah dengan metode SSA [11], gravimetri [10] dan kompleksometri [12]. Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah SSA. Metode SSA dipakai dalam penelitian ini karena kelebihanannya yaitu hasil yang didapat spesifik dari batas deteksi sampel yang rendah. Kadar Ca maksimum ditunjukkan pada waktu pemanasan 30 menit yaitu 0.1712% (mg/g). Menurut Alfian [11] kalsium dan fosfat pada kondisi tertentu akan bereaksi dan membentuk dikalsium fosfat, kalsium akan terpisah dengan fosfat dan membentuk kalsium karbonat apabila ada suhu yang terlalu panas.

#### 3.4. Kadar Kalsium/Fostat (Ca/F)

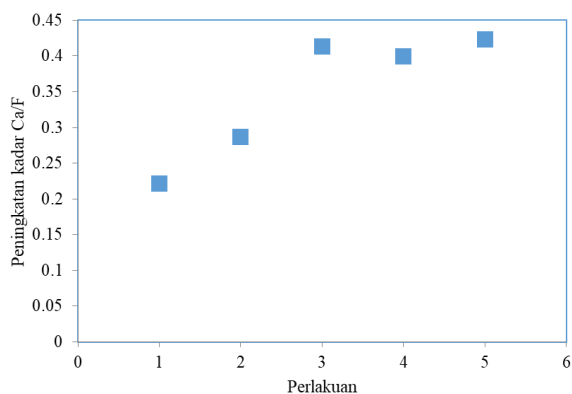
Di bawah ini adalah hasil rata-rata perbandingan kadar kalsium dibagi dengan kadar fosfat yang diperoleh dalam limbah gipsum keramik dengan 5 perlakuan 5 ulangan.

Tabel 4. Prosentase kadar Kalsium/Fostat (Ca/F)

Perlakuan	10 Menit	20 Menit	30 Menit	40 Menit	50 Menit
$\bar{x} \pm SE$	0.22159 ± 0.1134	0.28677 ± 0.1512	0.41270 ± 0.2308	0.39909 ± 0.2224	0.42352 ± 0.2370
W=	0,08 (a)	(b)	(c)	(c)	(c)
428					

Data peningkatan kadar kalsium/fosfat dianalisis menggunakan racangan dasar Rancangan Acak Kelompok (RAK). Pengujian antar perlakuan digunakan uji Beda Nyata Jujur (BNJ) dengan tingkat kebermaknaan 5%. Dari hasil analisis data yang diperoleh, maka mulai waktu pemanasan 30 menit memberikan hasil yang berbeda nyata.

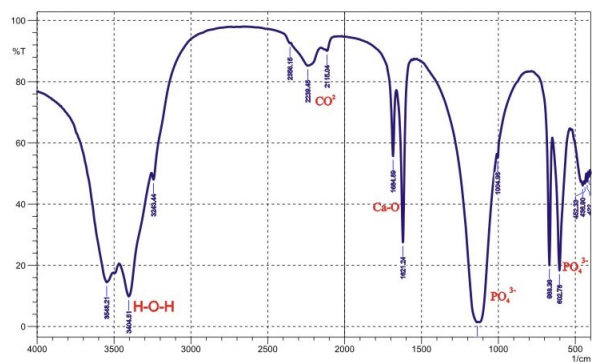
Dari hasil pada tabel 4 dapat digambarkan seperti dibawah ini:



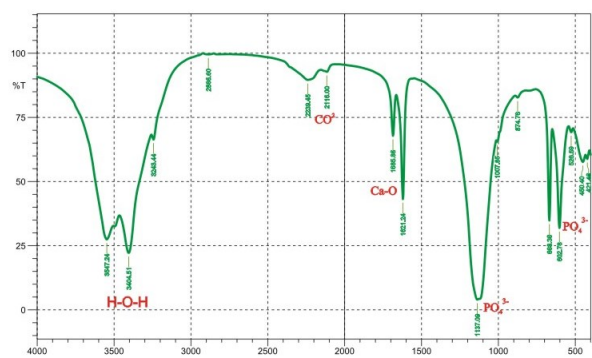
Gambar 1. Grafik peningkatan kadar Ca / F.

Sumbu X merupakan perlakuan yang diberikan pada sampel gipsum, sementara sumbu Y merupakan peningkatan kadar yang dihasilkan oleh sampel gipsum ini. Dapat dilihat pada perlakuan 3 memberikan hasil yang paling berbeda, hal ini ditunjukkan pada gambar perlakuan 3 menunjukkan puncak paling tinggi.

3.5. Hasil FTIR Serbuk Gypsum



Gambar 2. Spektra FTIR serbuk gypsum yang belum ditambahkan perlakuan pemanasan dengan microwave



Gambar 3. Spektra FTIR serbuk gypsum yang sudah ditambahkan perlakuan pemanasan dengan microwave selama 30 menit.

Gambar 2 dan 3 menunjukkan pola-pola FTIR yang tidak jauh berbeda sebelum perlakuan dan setelah perlakuan, hal ini dapat dilihat pada peak-peak tertentu yang mengalami sedikit kenaikan intensitas. Dari sini diyakini bahwa serbuk Gypsum mengandung Hidroksiapatit, walaupun masih dalam skala yang kecil. Suatu sampel dapat dikatakan mengandung

hidroksiapatit apabila adanya ikatan senyawa hidrogen (-OH), ikatan gugus fosfat ( $PO_4^{3-}$ ), dan gugus fungsi Ca-O.

Spektra inframerah yang menunjukkan adanya ikatan molekul hidrogen terjadi pada bilangan gelombang 3412,08  $cm^{-1}$  dan 3145,90  $cm^{-1}$  yang ditandai adanya gugus fungsi H-O-H [13]. Sedangkan menurut Pattanayak dkk. [14] ikatan OH terdapat pada gelombang 3400  $cm^{-1}$  dan 630  $cm^{-1}$ . Gambar 2 dan 3 menunjukkan adanya gelombang yang cukup tinggi pada bilangan 3404,51  $cm^{-1}$ .

Ikatan gugus fosfat ( $PO_4^{3-}$ ) merupakan intensitas yang paling tinggi nampak pada bilangan 526,59  $cm^{-1}$ ; 602,78  $cm^{-1}$ , dan 1137,09  $cm^{-1}$ . Menurut Sasikumaran dan Vijayaraghavan [13] intensitas yang paling tinggi merupakan ikatan gugus fosfat ( $PO_4^{3-}$ ) yang ditandai dengan bending dan stretching dari P-O yang terdapat pada bilangan gelombang 503,21  $cm^{-1}$ ; 603,72  $cm^{-1}$  dan 1026,13  $cm^{-1}$ . Sedangkan menurut Pattanayak dkk. [14] ikatan gugus fosfat ( $PO_4^{3-}$ ) paling kuat dengan stretching terdapat pada bilangan interval gelombang 1000  $cm^{-1}$ -1150  $cm^{-1}$  dan medium pada bilangan gelombang 960  $cm^{-1}$ . Untuk bending diamati pada 560  $cm^{-1}$ -610  $cm^{-1}$ .

Gugus fungsi senyawa fase Ca-O menurut Pattanayak dkk. [14] ditemukan pada gelombang 1400  $cm^{-1}$  - 1700  $cm^{-1}$ . Gugus fungsi senyawa fase Ca-O ditemukan dalam struktur ini yang ditandai pada gelombang 1621,24  $cm^{-1}$  - 1685,86  $cm^{-1}$ . Menurut Felício-Fernandes dan Laranjeira [15] bilangan gelombang 2100 - 2300  $cm^{-1}$  yang merupakan ikatan  $CO_2$ , memiliki intensitas yang sangat rendah yang diindikasikan berasal dari udara luar. Ikatan  $CO_2$  ditemukan dalam struktur ini yang muncul pada bilangan gelombang 2116,00  $cm^{-1}$  dan 2239,45  $cm^{-1}$ .

3.6. Hasil XRD Serbuk Gypsum

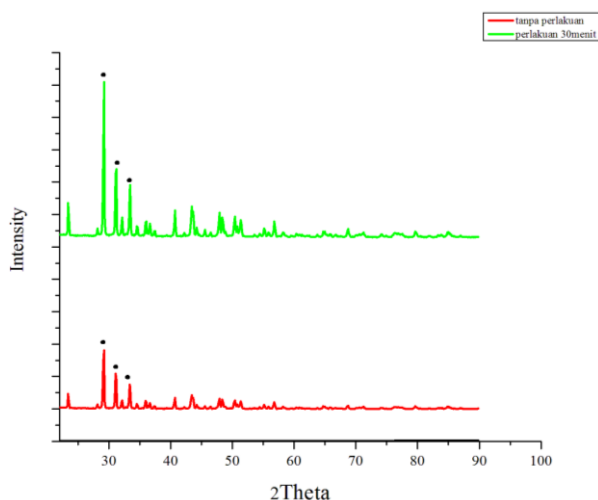
Di bawah ini merupakan hasil uji XRD dengan sampel serbuk gypsum yang dilakukan berdasarkan hasil paling maksimal pada kelima perlakuan yang telah diberikan pada gypsum.

Tabel 5. Hasil XRD Serbuk Gypsum

2 Theta	Intensitas	
	Tanpa Perlakuan	Perlakuan 30 menit
31.08	10381.36	32633.12
32.14	6268.36	28231.12
33.45	8738.36	31203.12

Sampel gypsum yang dianalisis adalah sampel yang sudah diberi perlakuan pada menit ke-30, karena pada menit ke-30 ini memberikan hasil yang paling baik. Serta ditambah serbuk gypsum yang belum diberi tambahan perlakuan, hal ini di tujuan agar dapat dilihat kenaikan yang dihasilkan dari perlakuan yang diberikan. Dapat dilihat pada tabel 5, di mana pada gelombang yang mengindikasikan terdapatnya HAp terjadi peningkatan yang baik setelah diberi tambahan perlakuan pada sampel gypsum.





Gambar 4. Difraktogram XRD

Analisis dengan menggunakan metode difraksi sinar-X (XRD) sebagai tahap awal untuk mengidentifikasi pembentukan fasa pada sampel serbuk gypsum dengan menggunakan metode hidrotermal dan perbandingan sebelum dilakukan perlakuan dan setelah dilakukan perlakuan. Hasil analisis uji XRD pada sampel serbuk gypsum menunjukkan kenaikan peak-peak intensitas setelah dilakukan pemanasan dengan microwave selama 30 menit. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4 di mana pada intensitas; yang selalu mengalami kenaikan setelah adanya perlakuan yang dilakukan pada serbuk gypsum. Menurut El Boujaady *dkk.* [16], tiga puncak utama dari hidroksiapatit adalah pada  $2\theta = 31 - 33$  secara berurutan. Dan hasil dari penelitian ini yaitu pada  $2\theta = 31.08, 32.14$  dan  $33.45$  secara berurutan. Dari hasil XRD didapatkan bahwa penambahan variasi waktu (30 menit) dapat meningkatkan kadar HAp dalam serbuk gypsum. Sebelumnya dalam penelitian tentang hidroksiapatit oleh Purwasmita dan Gultom [17] menunjukkan hasil XRD yang sama yaitu terbentuknya puncak tertinggi pada  $2\theta = 31,77; 32,90$  dan  $32,19$  secara berurutan. Dengan semakin kuatnya hasil yang diperoleh serta hasil yang tidak meleset jauh dari hasil referensi, ini menunjukkan bahwa perlakuan yang ditambahkan pada serbuk gypsum sudah cukup akurat untuk menaikkan kandungan hidroksiapatit, walaupun kandungan yang didapatkan masih terlalu kecil

#### 4. Kesimpulan

Hasil studi awal sintesis HAp limbah gipsum keramik adalah penambahan fosfat dalam sintesis hidroksiapatit menggunakan proses hidrotermal ini sangat memberikan hasil yang baik pada sampel limbah gipsum keramik. Di mana dengan adanya penambahan fosfat dalam sintesis dengan proses hidrotermal ini meningkatkan kandungan hidroksiapatit dalam sampel gipsum limbah keramik. Akan tetapi masih perlu dilakukan penelitian lebih lanjut guna mendapatkan hasil yang lebih baik lagi. Agar dapat dimanfaatkan limbah gipsum keramik ini untuk diaplikasikan dalam pasta gigi.

#### 5. Referensi

- [1] Ahmad Faathir Surya, Gypsum, Departemen Teknik Sipil, Universitas Indonesia, Jakarta
- [2] Hengky Bowo Ardhiyanto, Yenny Yustisia, Amiyatun Naini, Sintesis dan karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Dental Gypsum Tipe 2 sebagai Bahan Baku Bone Graft, in: FORKINAS VI FKG UNEJ, FKG Universitas Jember, Jember, 2016.
- [3] Amit Kumar Nayak, Hydroxyapatite synthesis methodologies: an overview, *International Journal of ChemTech Research*, 2, 2, (2010) 903-907
- [4] Joko Sedyono, Alva Edy Tontowi, Proses Sintesis dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit dari Gypsum Alam Kulon Progo, *Media Mesin*, 9, 1, (2008) 6-12
- [5] Imelda Wadu, Hartati Soetjipto, Margareta Novian Cahyanti, Sintesa dan Penentuan Kadar Kalsium-Fosfat Hidroksiapatit (HAp) dari Kerabang Telur Ayam, *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*, 3, 1, (2018) 1-5 <http://dx.doi.org/10.20961/jkpk.v3i1.11860>
- [6] Ketut Adi Puspa, Dwi Asmi, Sintesis dan Karakterisasi Biokeramik Hidroksiapatit Bahan Tulang Sapi pada Suhu 800-1100, *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 2, 2, (2014) 125-129
- [7] Mahreni, Endang Sulistyowati, Saeful Sampe, Willyam Chandra, Pembuatan Hidroksi Apatit dari Kulit Telur, *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" 2012*, Yogyakarta, (2012) C07-01
- [8] Samar J. Kalita, Saurabh Verma, Nanocrystalline hydroxyapatite bioceramic using microwave radiation: Synthesis and characterization, *Materials Science and Engineering: C*, 30, 2, (2010) 295-303 <https://doi.org/10.1016/j.msec.2009.11.007>
- [9] Pamela Doolittle, Ascorbic acid method for phosphorus determination, in, University of Wisconsin Madison, 2014.
- [10] John Hendri, Wardana Wardana, Irwan Ginting Suka, Aspita Laila, Penentuan Kadar Ca dan Mg pada Hasil Demineralisasi Optimum Kulit Udang Windu (*Penaeus monodon*) secara Gravimetri dan Spektroskopi Serapan Atom, *Jurnal Sains MIPA Universitas Lampung*, 13, 12, (2007) 93-99
- [11] Zul Alfian, Penentuan Kadar Unsur Kalsium ( $Ca^{2+}$ ) pada Susu Sapi Murni dan Susu Sapi di Pasaran dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom, *Jurnal Sains Kimia*, 8, 1, (2004) 26-28
- [12] Zaib Hussain, Ammara Nazir, Umer Shafique, Muhammad Salman, Comparative study for the determination of metals in milk samples using flame-AAS and EDTA complexometric titration, *Journal of Scientific Research*, 4, 0, 1, (2010) 1-6
- [13] S Sasikumar, R Vijayaraghavan, Low temperature synthesis of nanocrystalline hydroxyapatite from egg shells by combustion method, *Trends in Biomaterials & Artificial Organs*, 19, 2, (2006) 70-73
- [14] Deepak K Pattanayak, P Divya, Sujal Upadhyay, RC Prasad, BT Rao, TR Rama Mohan, Synthesis and evaluation of hydroxyapatite ceramics, *Trends in Biomaterials & Artificial Organs*, 18, 2, (2005) 87-92
- [15] G Felício-Fernandes, Mauro Laranjeira, Calcium phosphate biomaterials from marine algae. Hydrothermal synthesis and characterisation, *Quimica Nova*, 23, 4, (2000) 441-446

<https://doi.org/10.1590/s0100-40422000000400002>

- [16] H El Boujaady, M Mourabet, AEL Rhilassi, M Bennani-Ziatni, R El Hamri, A Taitai, Adsorption of a textile dye on synthesized calcium deficient hydroxyapatite (CDHAp): Kinetic and thermodynamic studies, *Journal of Materials and Environmental Science*, 7, 11, (2016) 4049-4063
- [17] Bambang Sunendar Purwasasmita, Ramos Samuel Gultom, Sintesis dan karakterisasi serbuk hidroksiapatit skala sub-mikron menggunakan metode presipitasi, *Jurnal Bionatura*, 10, 2, (2008) 155-167