

Skripsi

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$
DARI BATU KAPUR DENGAN METODE SOL-GEL**

FLORIAAN SAMUEL RUMENGAN

H311 13 502



DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

MAKASSAR

2017

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$
DARI BATU KAPUR DENGAN METODE SOL-GEL**

*Laporan hasil penelitian ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains*

Oleh :

FLORIAAN SAMUEL RUMENGAN

H311 13 502



MAKASSAR

2017

LAPORAN HASIL PENELITIAN

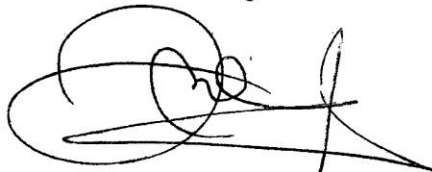
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT [Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂]
DARI BATU KAPUR DENGAN METODE SOL-GEL**

Disusun dan diajukan oleh

**FLORIAAN SAMUEL RUMENGAN
H311 13 502**

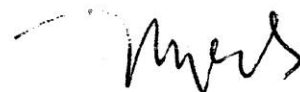
Laporan Hasil Penelitian ini telah diperiksa dan disetujui oleh :

Pembimbing Utama

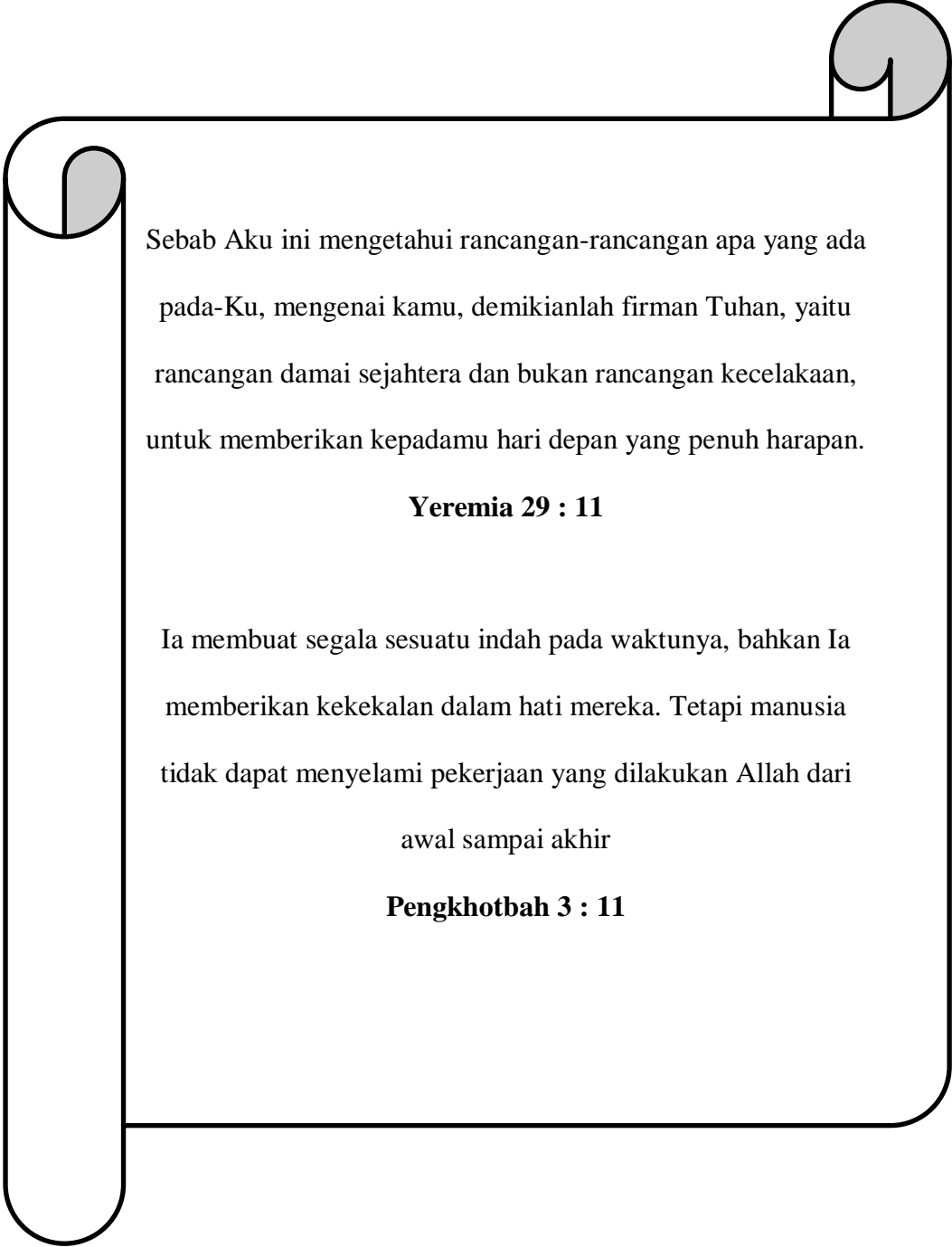


**Dr. Indah Raya, M.Si
NIP. 19641125 199002 2 001**

Pembimbing Pertama



**Dr. Maming, M.Si
NIP. 19631231 198903 1 031**



Sebab Aku ini mengetahui rancangan-rancangan apa yang ada pada-Ku, mengenai kamu, demikianlah firman Tuhan, yaitu rancangan damai sejahtera dan bukan rancangan kecelakaan, untuk memberikan kepadamu hari depan yang penuh harapan.

Yeremia 29 : 11

Ia membuat segala sesuatu indah pada waktunya, bahkan Ia memberikan kekekalan dalam hati mereka. Tetapi manusia tidak dapat menyelami pekerjaan yang dilakukan Allah dari

awal sampai akhir

Pengkhotbah 3 : 11

PRAKATA

Puji dan syukur dipanjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa, yang telah melimpahkan hikmat, berkat, dan anugerah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul “**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT [Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂] DARI BATU KAPUR DENGAN METODE SOL-GEL**”.

Terwujudnya skripsi ini, tidak lepas dari berbagai kesulitan dan hambatan. Namun, hal ini dapat diatasi berkat bimbingan dan motivasi dari pihak-pihak yang membantu, baik secara materi maupun non materi. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya serta penghargaan yang setinggi-tingginya, dengan rasa tulus dan ikhlas kepada :

1. Keluarga tercinta, untuk Papa (**Sam Anton Rumengan**) dan Mama (**Telly Rumengan**) yang telah menyayangi, mencintai, mendukung, bahkan selalu mendoakan penulis secara menyeluruh semenjak penulis di dalam kandungan sampai tumbuh menjadi dewasa. Terima kasih atas kerja keras kedua orang tuaku yang mencari nafkah untuk membiayai perkuliahan sehingga penulis dapat menyelesaikan jenjang pendidikan perguruan tinggi tanpa kekurangan sesuatu apapun. Untuk saudariku (**Gloria**), opa, oma serta om dan tante, terima kasih atas kasih sayang, perhatian, dan motivasi yang sangat berarti dan tidak lupa buat semua keluarga besarku, terima kasih atas dukungan dan doanya.
2. **Dr. Indah Raya, M.Si** selaku pembimbing utama dan **Dr. Maming, M.Si** selaku pembimbing pertama yang telah berkenan meluangkan waktu dan

tenaganya dalam membimbing dan memberikan petunjuk yang begitu berharga dalam penyelesaian skripsi ini.

3. **Prof. Dr. Nunuk Hariani S, MS, Dr. Nursiah La Nafie, M.Sc, Dr. Muhammad Zakir, Sci, dan Prof. Dr. Ahyar Ahmad** selaku tim penguji yang selama ini memberikan saran dan kritikan yang luar biasa dalam penyusunan skripsi ini.
4. **Dr. Indah Raya, M.Si** dan **Drs. Fredryk W. Mandey, M.Sc** selaku penasehat akademik yang selama ini senantiasa mengayomi saya dengan penuh dedikasi dalam mengarahkan bagaimana sistem akademik di kampus.
5. Seluruh Dosen yang telah membagi ilmunya dan Staf Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
6. **Ka' Linda, ibu Tini, ka' Anti, ka' Fibi, pak Sugeng, pak Ikkal, dan Hanna** selaku analis yang senantiasa memberi pengarahan yang tak pernah kenal lelah di laboratorium.
7. **Prof. Dr. Dahlang, M.sc** (Dosen Fisika), **pak Taufik, pak Wayan, pak Pabbenteng, kak Bulqis dan kak Tanto**, yang berkenan meluangkan waktunya dalam membantu saya dalam pengukuran XRD dan penggunaan tanur di Poltek Ujung Pandang.
8. Analis Fisika Lab. Mikrostruktur UNM atas bantuannya dalam menganalisa sampel saya dengan SEM.
9. **Kak Ammang** yang membantu dalam penyusunan gambar IR menggunakan aplikasi Origin Pro.8.

10. Orang yang saya kasihi dan cintai **Steffy Lumalan** yang senantiasa memberikan dukungan, motivasi, doa, dan yang telah menemani dalam menyelesaikan penelitianku.
11. Seluruh saudara-saudara sepelayanan di **GMKI Komisariat FMIPA UNHAS** yang senantiasa menyemangati dalam doa dan dukungan kepada penulis.
12. Teman-teman angkatanku yang luar biasa “**TITRASI 2013**” yang senantiasa membantu dan memotivasi kepada penulis.
13. Seluruh Keluarga Mahasiswa Kimia FMIPA angkatan 08, 09, 010, 011, 012, 014, 015, dan 016 yang telah banyak membantu dan memotivasi kepada penulis.
14. Teman-teman sepelayanan **Gerakan Pemuda GPIB Immanuel Makassar** yang senantiasa mendoakan dan memotivasi penulis.
15. Kakak rohaniku, kak Minggu yang senantiasa menuntun, mendoakan, dan memotivasi penulis dalam penyelesaian skripsi ini.
16. Teman-teman KKN Gelombang 93 Kabupaten Soppeng, Kecamatan Liriaja : **Gandhy, Iwan, Fitri, Ullan, Dian, dan Masita** yang telah memberi dukungan dan motivasi.
17. Serta ucapan terima kasih pula kepada pihak-pihak lain yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung, yang tidak sempat kami sebutkan satu per satu disini.

Atas segala kebaikan yang telah diberikan oleh berbagai pihak, penulis mengucapkan banyak terima kasih, semoga Tuhan Yang Maha Esa membalas kebaikan yang berlipat ganda kepada mereka.

Penulis sadar akan kekurangan dalam skripsi ini, baik materi maupun teknik penulisannya. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun.

Akhirnya, penulis berharap semoga skripsi ini dapat diaplikasikan dalam suatu penelitian yang memberikan manfaat dalam pengembangan wawasan bidang ilmu kimia secara umum serta sumbangan ilmu dalam memanfaatkan pengolahan bahan alam batu kapur sebagai bahan baku sumber kalsium untuk memproduksi biomaterial hidroksiapatit.

Penulis

2017

Abstrak

Batu kapur digunakan sebagai bahan baku untuk sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dengan metode sol-gel. Kalsinasi pada batu kapur, dilakukan pada suhu 1000°C selama 12, 16, dan 20 jam untuk mendapatkan senyawa CaO dengan kristalinitas yang tinggi. Suspensi CaO direaksikan dengan prekursor posfat H₃PO₄ dengan waktu pengadukan selama 1, 2, dan 3 jam, kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 1 hari. Proses sinter terhadap hasil sintesis hidroksiapatit dilakukan pada suhu 800 dan 900°C selama 3 jam. Selanjutnya, dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, FTIR, dan SEM. Analisis dengan menggunakan XRD menunjukkan probabilitas kemurnian hidroksiapatit tertinggi diperoleh pada waktu pengadukan selama 2 jam dengan suhu sinter 900°C yaitu 73,68421% dengan kristalinitas sebesar 90,867% serta rata-rata ukuran diameter kristal sebesar 23,35351 nm. Gugus-gugus fungsi yang diidentifikasi dengan FTIR, menunjukkan adanya gugus OH⁻, CO₃²⁻, dan PO₄³⁻. Morfologi struktur hidroksiapatit yang dianalisis dengan SEM, menunjukkan adanya gumpalan dari permukaan hidroksiapatit serta aglomerasi dari setiap partikel dengan bentuk pori yang berukuran kecil.

Kata kunci : Batu kapur, FTIR, Hidroksiapatit, Metode Sol-Gel, SEM, XRD, XRF.

Abstract

Limestone was used as a raw material for synthesis and characterization of hydroxyapatite with sol-gel method. Calcination of limestone, was conducted at temperature of 1000°C for 12, 16, and 20 hours to obtain CaO compounds with high crystallinity. The CaO suspension was reacted with H₃PO₄ as phosphate precursors with stirring time for 1, 2, and 3 hours, then dried at 60°C for 1 day. Sintering of hydroxyapatite synthesis was conducted at temperature of 800 and 900°C for 3 hours. Furthermore, it was characterized using XRD, FTIR, and SEM. Analysis using XRD showed the highest probability of purity of hydroxyapatite obtained at the time of stirring for 2 hours with temperaturesintering of 900°C is 73,68421%, with crystallinity equal to 90,867% and average size of crystal diameter equal to 23,35351 nm. Functional groups were identified with FTIR, indicating the presence of OH⁻, CO₃²⁻, and PO₄³⁻ groups. The morphology of the hydroxyapatite structure was analyzed by SEM, showed clumps of the hydroxyapatite surface and the agglomeration of each particle with a small pore shape.

Key words : Limestone, FTIR, Hydroxyapatite, Sol-gel method, SEM, XRD, XRF

DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA	v
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN	xx
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	4
1.3.1 Maksud Penelitian	4
1.3.2 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Batu Kapur	5
2.2.1 Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Batu Kapur	6
2.2 Hidroksiapatit.....	7
2.2.1 Struktur Kristal Hidroksiapatit.....	8
2.2.2 Sifat Kimia Kristal Hidroksiapatit.....	10
2.2.3 Sifat Mekanik Hidroksiapatit	11
2.3 Sintesis Hidroksiapatit.....	11

2.3.1 Sintesis Hidroksiapatit Metode Sol-Gel	12
2.3.2 Karakterisasi Material Hidroksiapatit	14
BAB III METODE PENELITIAN	16
3.1 Bahan Penelitian	16
3.2 Alat Penelitian	16
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian	16
3.4 Prosedur Kerja	17
3.4.1 Analisis XRF dari Batu Kapur	17
3.4.2 Kalsinasi Batu Kapur	17
3.4.3 Sintesis Hidroksiapatit dengan Menggunakan Metode Sol-Gel..	17
3.4.4 Karakterisasi dengan XRD	18
3.4.5 Karakterisasi dengan FTIR	18
3.4.6 Karakterisasi dengan SEM	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1 Karakterisasi Komposisi Batu Kapur dengan XRF	19
4.2 Kalsinasi Batu Kapur	20
4.3 Reaksi Suspensi CaO dengan Prekursor Posfat	23
4.3.1 Karakterisasi Hasil Sinter dengan XRD	24
4.3.2 Karakterisasi dengan FTIR	34
4.3.3 Karakterisasi Hasil Sinter dengan SEM	37
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	40
5.1 KESIMPULAN	40
5.2 SARAN	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	46

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Batu Kapur.....	5
2. Struktur Kimia Hidroksiapatit.....	8
3. Struktur Heksagonal Hidroksiapatit.....	9
4. Struktur Monoklinik Hidroksiapatit.....	9
5. Morfologi Analisis Produk HAp dengan Metode Sol-Gel	14
6. Pola difraksi sinar-X dari hasil kalsinasi batu kapur pada temperatur 1000°C selama 12, 16, dan 20 jam.....	21
7. Pola difraksi sinar-X dari hidroksiapatit untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 dan 900 °C	24
8. Pola difraksi sinar-X dari hidroksiapatit untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800 dan 900 °C	26
9. Pola difraksi sinar-X dari hidroksiapatit untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 dan 900 °C	27
10. Persentase probabilitas fase sampel terhadap waktu pengadukan untuk suhu sinter 800°C dan 900°C.....	28
11. Persentase kristalinitas fase sampel HAp terhadap waktu pengadukan dan suhu sinter	30
12. Pengaruh diameter kisi kristal HAp terhadap waktu pengadukan dan suhu sinter	32
13. Spektrum FTIR HAp dengan waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C	33

14. Spektrum FTIR HAp dengan waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C	34
15. Spektrum FTIR HAp dengan waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C	35
16. Morfologi HAp hasil sintesis dengan perbesaran 500x dan perbesaran 5000x	37
17. Hasil EDS HAp hasil sintesis.....	38

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Perbedaan metode-metode sintesis hidroksiapatit.....	11
2. Persentase kristalinitas hasil kalsinasi CaO.....	22
3. Hasil perhitungan persentase kristalinitas HAp sintesis.....	30
4. Hasil perhitungan diameter kisi kristal HAp hasil sintesis	31
5. Komposisi atom dan senyawa HAp hasil sintesis.....	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Bagan kerja analisis XRF batu kapur.....	46
2. Bagan kerja kalsinasi XRF batu kapur	46
3. Bagan kerja sintesis HAp dengan menggunakan metode sol-gel.....	47
4. Karakterisasi HAp hasil sintesis dengan XRD.....	48
5. Karakterisasi HAp hasil sintesis dengan FTIR.....	48
6. Karakterisasi HAp hasil sintesis dengan SEM.....	49
7. Perhitungan penentuan massa CaO dan volume prekursor posfat untuk sintesis HAp	50
8. Data JCPDS 82-1691 untuk CaO.....	52
9. Data JCPDS 24-0033 untuk $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	53
10. Data JCPDS 09-0169 untuk $\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	54
11. Data JCPDS 35-0180 untuk $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$	55
12. Data AC 250-253 untuk $\text{Ca}_{18}\text{Mn}_2\text{H}_2(\text{PO}_4)_{14}$	56
13. Perhitungan persentase kristalinitas CaO dari hasil kalsinasi batu kapur selama 12 jam dengan suhu 1000 °C	58
14. Perhitungan persentase kristalinitas CaO dari hasil kalsinasi batu kapur selama 16 jam dengan suhu 1000 °C	59
15. Perhitungan persentase kristalinitas CaO dari hasil kalsinasi batu kapur selama 20 jam dengan suhu 1000 °C	60
16. Perhitungan probabilitas fase sampel waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 °C	61

17.	Perhitungan probabilitas fase sampel waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900 °C	64
18.	Perhitungan probabilitas fase sampel waktu pengadukan 2jam dengan suhu sinter 800 °C	67
19.	Perhitungan probabilitas fase sampel waktu pengadukan 2jam dengan suhu sinter 900 °C	69
20.	Perhitungan probabilitas fase sampel waktu pengadukan 3jam dengan suhu sinter 800 °C	72
21.	Perhitungan probabilitas fase sampel waktu pengadukan 3jam dengan suhu sinter 900 °C	75
22.	Perhitungan persentase kristalinitas HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 °C	78
23.	Perhitungan persentase kristalinitas HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900 °C	78
24.	Perhitungan persentase kristalinitas HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800 °C	79
25.	Perhitungan persentase kristalinitas HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 900 °C	79
26.	Perhitungan persentase kristalinitas HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 °C	80
27.	Perhitungan persentase kristalinitas HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900 °C	80
28.	Perhitungan ukuran diameter kisi kristal HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 °C.....	81

29.	Perhitungan ukuran diameter kisi kristal HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900 °C.....	84
30.	Perhitungan ukuran diameter kisi kristal HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800 °C.....	87
31.	Perhitungan ukuran diameter kisi kristal HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 900 °C.....	90
32.	Perhitungan ukuran diameter kisi kristal HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 °C.....	93
33.	Perhitungan ukuran diameter kisi kristal HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900 °C.....	96
34.	Hasil XRD HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 °C	99
35.	Hasil XRD HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900 °C	101
36.	Hasil XRD HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800 °C	104
37.	Hasil XRD HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 900 °C	107
38.	Hasil XRD HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 °C	110
39.	Hasil XRD HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900 °C	113
40.	Hasil FTIR HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 °C	116

41.	Hasil FTIR HAp untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900 °C	117
42.	Hasil FTIR HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800 °C	118
43.	Hasil FTIR HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 900 °C	119
44.	Hasil FTIR HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 °C	120
45.	Hasil FTIR HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900 °C	121
46.	Hasil SEM HAp hasil sintesis.....	122

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Å	= Angstrom
β-TCP	= β-trikalsium posfat
AC	= <i>Acta Crystallographica</i>
AKA	= Karbonat Apatit
BT	= Bujur Timur
Ca/P	= Rasio Perbandingan Kalsium dan Posfat
EDS	= <i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
FTIR	= <i>Fourier Transformer Infra Red</i>
FWHM	= Full Width Half Maximum
HAp	= Hidroksiapatit
JCPDS	= <i>Joint Committee on Powder Diffraction Standards</i>
kV	= Kilovolt
LS	= Lintang Selatan
MW	= Mangan Whitlockite
nm	= nanometer
P ₂₁ /b	= <i>Space Group Symmetry</i> Struktur Monoklinik Hidroksiapatit
P ₆₃ /m	= <i>Space Group Symmetry</i> Struktur Heksagonal Hidroksiapatit
pH	= <i>Power of Hydrogen</i>
rpm	= <i>Rotation per Minute</i>
SEM	= <i>Scanning Electron Microscopy</i>
XRD	= <i>X-Ray Diffractometer</i>
XRF	= <i>X-Ray Fluorescence</i>

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia sebagai negara yang kaya akan hasil alam memiliki keanekaragaman di berbagai sektor, terutama dalam kelimpahannya di bidang industri yang menggunakan bermacam-macam sumber daya alam. Salah satu sumber daya alam yang dihasilkan adalah batu kapur (*limestone*) dengan kandungan CaCO_3 yang besar (Lukman, dkk., 2012).

Potensi terhadap produksi batu kapur di Indonesia sangat besar dan hampir merata di seluruh Indonesia terutama dijadikan sebagai bahan galian industri (Shubri dan Armin, 2014). Data mengenai jumlah cadangan batu kapur di Indonesia belum ada, namun secara umum jumlah batu kapur Indonesia mencapai 28,678 milyar ton. Statistik menunjukkan sektor industri dalam penggunaan batu kapur cenderung meningkat yakni 10,45% setiap tahun. Di Sulawesi Selatan, potensi kekayaan batu kapur diperlihatkan dengan banyaknya pabrik industri seperti PT. Semen Tonasa dan PT. Semen Bosowa. Hal ini terjadi karena batu kapur digunakan sebagai bahan utama dan bahan non utama dalam berbagai industri (Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral, 2009).

Bentuk kalsium dalam batu kapur sebagian besar terdapat sebagai kalsium karbonat (CaCO_3). Batu kapur memiliki massa jenis 2,6 – 2,8 g/cm^3 dan dalam keadaan murni berbentuk kristal kalsit, terdiri atas CaCO_3 (Oates, 1998). Kandungan CaCO_3 dalam batu kapur mencapai lebih dari 90% dan sisanya adalah zat-zat lainnya. Kandungan CaCO_3 merupakan bahan dasar dalam menghasilkan

hidroksiapatit. Kalsium karbonat (CaCO_3) dapat diolah lebih lanjut menjadi hidroksiapatit (HAp) sebagai komponen anorganik utama pada tulang dan gigi. Secara umum, produk hidroksiapatit sebagian besar diperoleh secara komersial melalui impor dari negara lain sehingga membutuhkan biaya yang cukup besar (Kehoe, 2008).

Hidroksiapatit hasil sintetis dikenal sebagai salah satu bahan implan yang penting karena mempunyai sifat yang bioaktif, biokompatibel, dan osteokonduktif yang sama dengan mineral tulang alami, sehingga bisa digunakan sebagai pengganti jaringan keras manusia. HAp hasil sintesis dengan tingkat kemurnian yang tinggi tidak hanya diperoleh melalui reaksi senyawa-senyawa sintesis, tetapi dapat juga diperoleh dengan mereaksikan senyawa sintesis dengan senyawa alami. Selain itu, waktu pengadukan dan suhu sinter, juga berpengaruh terhadap probabilitas kemurnian HAp hasil sintesis (Muntamah, 2011).

Sintesis HAp di berbagai bidang telah banyak dilakukan diantaranya, Yahya, (2014) mensintesis HAp dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) dengan probabilitas fase sampel HAp sebesar 76,87%. Rosmawati, (2014) berhasil mensintesis HAp dari limbah cangkang telur ayam dengan probabilitas kemurnian fase HAp yaitu 80,7073%. Raya dkk., (2015) berhasil mensintesis HAp dari cangkang kepiting (*Portunus pelagicus*) dengan probabilitas fase dari hasil sintesis HAp sebesar 80,38%. Maming dkk., (2015) juga berhasil mensintesis HAp dari limbah cangkang telur ayam dengan tingkat probabilitas HAp yang diperoleh dari kalsinasi CaO yaitu 71,04%. Untuk sampel cangkang secara keseluruhan dari beberapa peneliti, diperoleh suhu sinter optimum pada 800°C . Selain itu, Ningsih dkk., (2014) berhasil mensintesis HAp dari cangkang

kerang kepah (*Polymesoda erosa*) dengan parameter waktu pengadukan dan diperoleh pengadukan optimum selama 90 menit dengan probabilitas fase HAp sebesar 71%. Begitu banyak jenis cangkang yang telah dijadikan sampel dalam sintesis HAp. Namun, untuk pemanfaatan batu kapur sebagai bahan dasar sintesis HAp masih belum pernah dilakukan, padahal sumber batu kapur sangat melimpah dan kandungan kalsiumnya sangat tinggi. Sehingga, pada penelitian ini digunakan batu kapur sebagai prekursor HAp dengan parameter waktu pengadukan dan suhu sinter.

Selain itu, terdapat berbagai metode sintesis HAp antara lain, metode basah pengendapan (presipitasi), hidrotermal, emulsi beragam, alkoksida, fluks dan sol-gel (Suryadi, 2011). Metode sol-gel dilakukan pada penelitian ini karena metode ini merupakan salah satu metode yang mampu meningkatkan sifat kimia dari HAp dan juga memiliki kelebihan dalam mengatur komposisi, sintesis yang dapat dilakukan pada suhu yang rendah, serta menghasilkan lapisan yang homogen, murni dan efektif untuk sintesis hidroksiapatit fasa nano (Atia, dkk., 2012).

Di samping itu, hasil sintesis HAp dapat diproduksi dan diperoleh dengan biaya rendah namun memiliki kualitas yang sama dengan hidroksiapatit sintesis komersial produk mancanegara (Muntamah, 2011). Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis HAp dari batu kapur dengan metode sol-gel.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun masalah yang dapat dirumuskan pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana potensi batu kapur sebagai bahan baku sintesis HAp?
2. Bagaimana pengaruh waktu pengadukan pada sintesis HAp dari batu kapur?

3. bagaimana pengaruh suhu sinter terhadap sintesis HAp dari batu kapur,
4. bagaimana probabilitas kemurnian fase HAp yang disintesis dari batu kapur.

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud dari penelitian ini adalah untuk mengetahui dan mempelajari karakteristik HAp yang disintesis dari batu kapur (*limestone*) dengan metode sol-gel.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Adapun penelitian ini bertujuan untuk:

1. mengetahui potensi batu kapur sebagai bahan baku sintesis HAp,
2. menentukan pengaruh waktu pengadukan optimum terhadap HAp hasil sintesis dari batu kapur,
3. menentukan pengaruh suhu sinter optimum terhadap HAp hasil sintesis dari batu kapur,
4. menentukan probabilitas kemurnian fase HAp yang disintesis dari batu kapur.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini antara lain:

1. sebagai upaya pemanfaatan yang lebih efektif pada batu kapur dalam peningkatan kesehatan terhadap tulang dan gigi manusia,
2. memperoleh suhu sinter yang optimum pada pembentukan HAp,
3. memperoleh waktu pengadukan yang optimum dalam pembentukan HAp,
4. memperoleh probabilitas kemurnian pada fase hidroksiapatit sehingga dapat dikembangkan dalam memproduksi produk-produk di bidang kesehatan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Batu Kapur

Batu kapur merupakan bebatuan yang termasuk dalam kategori batuan sedimen karena terbentuk dari proses sedimentasi alam, yang mengandung senyawa kalsium oksida (CaO) (Zuraidah, 2006). Batuan ini dijadikan sebagai hasil penumpukan dan sedimentasi ribuan tahun lalu sehingga membentuk bebatuan masif yang berwarna putih kekuningan hingga kecoklatan. Mineral murni dari batu kapur mengandung CaCO_3 sebagai kalsit (*calcite*) (Nukman, 2005).



Gambar 1. Batu Kapur (*Limestone*) (Negara, dkk., 2010)

Pemanfaatan batu kapur (*limestone*) saat ini telah mencakup berbagai sektor yang didasarkan pada sifat-sifat fisik dan kimianya. Pemanfaatan tersebut diantaranya merupakan bahan baku penting yang digunakan dalam berbagai industri kertas, industri cat, dan industri semen. Selain itu, dapat juga digunakan sebagai uji kalsium untuk tulang dan gigi, bahan bangunan, bahanlapisan pondasi pengerasan jalan, campuran aspal, disektor pertanian, serta pembuatan karbit (Hamimu, dkk.,2012).

2.1.1 Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Batu Kapur

Menurut Veorhoef (1995) bahwa batu kapur memiliki sifat-sifat fisik dan kimia, diantaranya yaitu :

- a. warna, dipengaruhi oleh unsur-unsur pengotornya yaitu mulai dari yang berwarna putih susu, abu-abu muda, coklat bahkan hitam. Warna kemerah-merahan biasanya disebabkan oleh adanya unsur mangan dan warna kehitam-hitaman disebabkan oleh adanya unsur organik,
- b. *specific gravity*, merupakan perbandingan antara massa material kering yang volumenya sama dengan volume bahan dalam keadaan jenuh pada suhu tertentu,
- c. kerapatan, merupakan rasio atau perbandingan antara massa material dengan volume material tersebut. Kerapatan material ditentukan oleh massa jenis rata-rata dari mineral penyusun dan kemungkinan adanya pori antar butiran. Semakin rapat butiran suatu batuan, maka akan semakin tinggi kerapatannya. Oleh karena itu, kerapatan material dipengaruhi oleh ukuran butir,
- d. kadar air, merupakan rasio atau perbandingan massa air dalam material dengan massa butirannya,
- e. angka pori, didefinisikan sebagai rasio atau perbandingan antara volume void dari suatu material atau bahan dengan volume padatan dari bahan,
- f. derajat kejenuhan, merupakan rasio antara volume air dan volume void dalam material,
- g. kekerasan, merupakan ketahanan atau kekuatan yang dimiliki suatu material untuk tidak hancur oleh adanya pengaruh mekanis seperti tumbukan dan benturan,

- h. porositas merupakan rasio atau perbandingan antara volume void dengan volume bahan seluruhnya.

2.2 Hidroksiapatit

Hidroksiapatit adalah sebuah molekul kristalin yang intinya tersusun dari posfor dan kalsium dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Senyawa ini menempati porsi 65% dari fraksi mineral yang ada di dalam tulang manusia. Material ini juga terdapat pada struktur gigi manusia terutama di dalam dentin dan enamel (Petit, 1999).

Kristal apatit banyak mengandung gugus karbon dalam bentuk karbonat. Hidroksiapatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan salah satu bagian dari mineral apatit ($\text{M}_{10}(\text{ZO}_4)_6\text{X}_2$). Senyawa ini sangat stabil sehingga diimplankan sebagai pengisi gigi (*filler*) (Sasikumar dan Vijayaraghavan, 2006). Pada struktur hidroksiapatit, karbonat akan menggantikan ion OH^- sehingga membentuk kristal apatit karbonat (tipe A), dan bila karbonat menggantikan ion PO_4^{3-} akan terbentuk kristal apatit karbonat (tipe B). Pada umumnya, kristal apatit karbonat (tipe B) terbentuk apabila presipitasi dilakukan dalam keadaan temperatur yang rendah, sedangkan apatit yang dipresipitasi dalam keadaan temperatur yang tinggi akan menghasilkan kristal apatit karbonat (tipe A) (Riyani, dkk., 2005).

Jenis senyawa apatit lainnya dapat diperoleh dengan mengganti elemen-elemen pada bagian M, Z, dan X. M dapat ditempati oleh unsur-unsur Ca, Mg, Sr, Ba, Cd, Pb. Z dapat ditempati oleh unsur-unsur P, V, As, S, Si, Ge, dan gugus fungsi CO_3^{2-} . X dapat ditempati oleh unsur-unsur F, Cl, O, Br, senyawa hidroksil, serta gugus fungsi CO_3^{2-} (Vazquez, 2005).

Gambar 2. Struktur Kimia Hidroksiapatit (Yessy dan Basril, 2011)

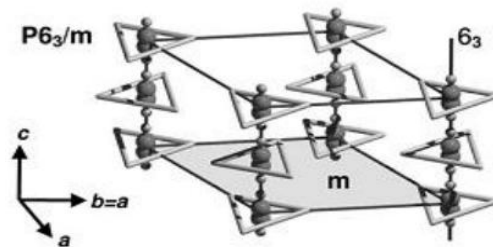
2.2.1 Struktur Kristal Hidroksiapatit

Pada dasarnya, hidroksiapatit memiliki 2 struktur kristal yang berbeda yaitu monoklinik dan heksagonal. Hidroksiapatit memiliki berat mencapai 69% dari berat tulang alami dan memiliki struktur heksagonal yang merupakan senyawa paling stabil dalam tubuh serta di udara kering hingga suhu 1200°C (Farzadi, dkk., 2011). Hidroksiapatit juga merupakan senyawa kalsium posfat dengan rasio Ca/P sekitar 1,67. (Vazquez, dkk., 2005).

Pada rasio ini, struktur hidroksiapatit memiliki stabilitas yang baik pada struktur kristal monoklinik karena diperoleh pada kondisi murni dan pada komposisi stoikiometri. Hidroksiapatit yang terdapat dalam gigi dan tulang serta mineral hidroksiapatit memiliki struktur yang heksagonal, kecuali pada enamel gigi yang memiliki struktur monoklinik (Narasaraju dan Phebe, 1996) sedangkan struktur heksagonal pada umumnya diperoleh dari sintesis hidroksiapatit yang tidak stoikiometri (Suryadi, 2011). Akan tetapi, struktur heksagonal pada kristal hidroksiapatit dapat diperoleh pada kondisi stoikiometri jika memiliki susunan OH⁻ yang tidak teratur (Corno, dkk., 2006).

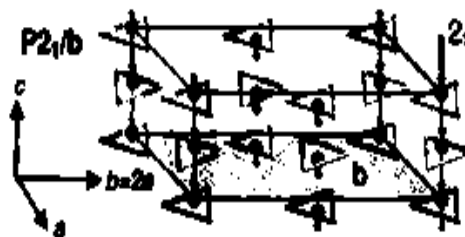
Struktur kristal heksagonal mempunyai parameter kisi $a = b = 9,4225 \text{ \AA}$, $c = 6,8850 \text{ \AA}$ dan $\gamma = 120^\circ$ (Manafi dan Joughehdoust, 2009). Struktur dengan parameter kisi ini memiliki *space group symmetry* P6₃/m dan memiliki nilai

kecocokan nilai (hkl) indeks miller berdasarkan data JCPDS HAp, serta terdiri atas susunan gugus PO_4 tetrahedral yang diikat oleh ion-ion Ca. Ion-ion Ca berada pada 2 posisi yang berbeda yakni pada posisi kolom sejajar (Ca_1) dan posisi segitiga sama sisi (Ca_2) yang berbeda pada pusat sumbu putar. Susunan OH membentuk kolom dan berada pada sumbu putar, juga membentuk susunan demikian dengan OH yang terdekat (Corno, dkk., 2006).



Gambar 3. Struktur Heksagonal Hidroksiapatit (Corno dkk., 2006)

Struktur monoklinik juga terdapat pada kondisi yang benar-benar stoikiometri. Struktur ini adalah struktur yang paling teratur dan stabil secara termodinamika bahkan pada suhu ruang sekalipun. Struktur monoklinik ditemukan pertama kali dari proses pengubahan kristal tunggal *chlorapatite* menjadi kristal tunggal hidroksiapatit dengan memaparkannya pada uap air bersuhu 1200°C . Hidroksiapatit pada struktur monoklinik memiliki *space group symmetry* $\text{P}2_1/\text{b}$ dan parameter kisi $a = 9.421 \text{ \AA}$, $b = 2a$, $c = 6.881 \text{ \AA}$, dan $\gamma = 120^\circ$. Struktur monoklinik disebabkan oleh susunan OH yang membentuk urutan $\text{OH}^-\text{OH}^-\text{OH}^-$ yang membuat parameter kisi b menjadi 2 kali a (Corno, dkk., 2006).



Gambar 4. Struktur Monoklinik Hidroksiapatit (Corno, dkk., 2006)

2.2.2 Sifat Kimia Kristal Hidroksiapatit

Hidroksiapatit memiliki sifat kimia yang penting yaitu biokompatibel, bioaktif, dan *bioresorbable*. Sifat biokompatibel dalam material hidroksiapatit tidak menyebabkan terjadinya reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh manusia karena dianggap sebagai benda asing. Sifat bioaktif pada material hidroksiapatit akan membantu proses pembentukan sebuah lapisan permukaan apatit biologis sebelum berkontak langsung dengan jaringan yang mengakibatkan pembentukan sebuah ikatan kimia langsung ke tulang. Sifat *bioresorbable* pada material hidroksiapatit akan membuat jaringan yang baru terbentuk tumbuh pada sembarang permukaan yang tidak beraturan, namun tidak harus berkontak langsung dengan permukaan material (Dorozhkin, 2010).

Sebagai material bioaktif, hidroksiapatit juga sangat baik digunakan sebagai pelapis pada implantasi komposit. Bioaktif hidroksiapatit mempunyai kesamaan dalam hal struktur dan komposisi dengan komponen anorganik dari jaringan keras pada tubuh manusia seperti material pada tulang dan gigi (Pal, dkk., 2005; Deptula, dkk., 2006; Sasikumar dan Vijayaraghavan, 2006). Hidroksiapatit akan membentuk ikatan langsung dengan jaringan pada tulang melalui proses enkapsulasi fibrin (Song, dkk., 2003).

Senyawa hidroksiapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan senyawa kalsium pospat yang memiliki kandungan material keramik bioaktif dengan bioafinitas tinggi serta material keramik bioaktif ini dapat disintesis dan diimplankan ke dalam tubuh manusia (Arrafiqie, dkk., 2016). Untuk dapat diimplankan ke dalam tubuh manusia, senyawa ini harus memenuhi syarat medis yang bersifat bioaktif, biokompatibel, dan tidak beracun (Dahlan, dkk., 2009 dalam Muntanah, 2011).

2.2.3 Sifat Mekanik Hidroksiapatit

Sifat mekanik hidroksiapatit yang disintesis bervariasi, hal ini dikarenakan adanya variasi struktur seperti pengaruh porositas, ukuran butir, adanya pengotor, dan proses pembuatan hidroksiapatit yang bervariasi. Rasio perbandingan Ca/P juga berpengaruh terhadap sifat mekanik hidroksiapatit. Semakin besar perbandingan rasio Ca/P maka kekuatannya akan semakin meningkat, namun perbandingan tersebut akan mencapai maksimum pada Ca/P yaitu 1,67. Sifat mekanik hidroksiapatit akan turun apabila perbandingan Ca/P lebih dari 1,67 atau kurang dari 1,67 (Suryadi, 2011). Jika konsentrasi masing-masing komponen penyusun senyawa hidroksiapatit yang disintesis diketahui kadarnya, maka mudah melakukan pendekatan dengan menggunakan rasio ini (Rocha, dkk., 2005).

2.3 Sintesis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit dapat dilakukan melalui berbagai cara. Metode-metode tersebut pada dasarnya dapat menghasilkan hidroksiapatit dalam bentuk padatan dan kristalin, atau senyawa lain dengan rasio Ca/P tertentu (Manafi, 2009). Tabel 1 merupakan data mengenai perbedaan-perbedaan mendasar dari berbagai jenis metode hidroksiapatit (HAp) (Mulyaningsih, 2007):

Tabel 1. Perbedaan Metode-Metode Sintesis Hidroksiapatit

Metode Hidroksiapatit	Jenis Reaksi	Wujud Produk
Basah Pengendapan (Presipitasi)	Reaksi cairan (dari larutan menjadi padatan)	Serbuk HAp dengan sedikit kristal atau amorf
Emulsi (Kering)	Reaksi padat (dari padatan menjadi padatan)	Serbuk HAp (butir halus)

Hidrotermal	Reaksi hidrotermal (dari larutan menjadi padatan)	HAp dengan kristal tunggal
Alkoksida	Reaksi hidrolisa (dari larutan menjadi padatan)	HAp dengan kristal tunggal untuk (<i>thin film</i>)
Fluks	Reaksi peleburan garam (dari pelelehan menjadi padatan)	HAp dengan kristal tunggal yang mengandung unsur lain, seperti boronapatit, fluorapatit, dan kloroapatit
Sol-Gel	Reaksi cairan (dari larutan menjadi padatan)	Serbuk HAp yang relatif homogen dan ukuran yang sangat kecil

2.3.1 Sintesis Hidroksiapatit Metode Sol-Gel.

Metode sol-gel merupakan metode yang efektif untuk sintesis hidroksiapatit fasa nano, karena diperlukan kontrol terhadap beberapa faktor yang memengaruhi seperti pH dan temperatur. Metode ini difokuskan pada suatu pencampuran pada tingkat molekul dari kalsium dan posfor yang mampu meningkatkan sifat kimia dari hidroksiapatit yang dihasilkan. Hanya sedikit penelitian yang dilaporkan mengenai proses sol-gel untuk material hidroksiapatit (Jillavenkatesa dan Condrate, 1998). Telah dilaporkan bahwa material-material hidroksiapatit yang disintesis dengan metode sol-gel yang efisien untuk meningkatkan kontak dan stabilitas pada antarmuka tulang alami atau buatan di dalam lingkungan *in vitro* dan *in vivo* (Li dan Groot, 1994).

Sejumlah kombinasi prekursor kalsium dan posfor dipergunakan untuk sintesis hidroksiapatit menggunakan proses sol-gel. Aktivitas kimia dan temperatur yang diperlukan untuk membentuk struktur apatit, sangat bergantung pada sifat kimia dari masing-masing prekursor. Balamurugan dkk.,

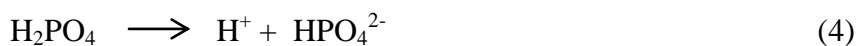
(2006) menggunakan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan trietil posfat sebagai prekursor untuk kalsium dan posfor, ketika rasio stoikiometri Ca/P dipertahankan pada 1.67. Serbuk hidroksiapatit yang telah disintesis dikeringkan dan disinter pada temperatur berbeda hingga mencapai temperatur 900 °C. Vijayalakshmi dkk., (2006) telah mensintesis serbuk hidroksiapatit monokristalin dari kalsium asetat dan trietilposfat di dalam media air dan etanol. Peningkatan lebih lanjut dalam temperatur hingga mencapai 900 °C menghasilkan fasa hidroksiapatit yang murni dengan kristalinitas yang lebih baik. Kristalinitas ditingkatkan dengan menaikkan temperatur hingga 1100 °C (Suryadi, 2011).

Proses reaksi yang terlibat dalam sintesis hidroksiapatit, antara lain (Trianita, 2012):

1. Reaksi pembentukan antara kalsium oksida (CaO) dan kalsium hidroksida ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)



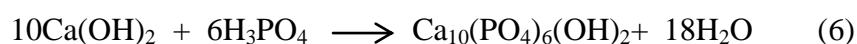
2. Reaksi ionisasi pada asam posfat (H_3PO_4)



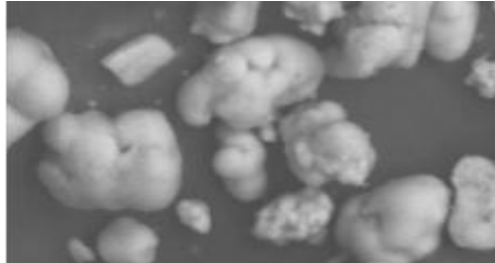
3. Reaksi pembentukan hidroksiapatit



4. Reaksi lengkap yang diperoleh



Metode sol-gel yang digunakan untuk menghasilkan hidroksiapatit memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, komposisi yang homogen, dan ukuran yang lebih kecil (Vazquez, dkk., 2005).



Gambar 5. Morfologi Analisis Produk HAp dengan Metode Sol-Gel (Hidayat,2013)

2.3.2 Karakterisasi Material Hidroksiapatit

Pengujian karakterisasi terhadap material ini dilakukan untuk mengidentifikasi dan memastikan material hidroksiapatit yang dihasilkan. Beberapa teknik karakterisasi digunakan untuk mengetahui karakteristik dari material yang dihasilkan pada penelitian ini. Beberapa teknik pengujian yang digunakan yaitu *X-Ray Diffractometer (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

Pengujian komposisi senyawa melalui *X-Ray Diffractometer (XRD)* dilakukan terhadap hasil proses pengeringan dan hasil sinter (Suryadi, 2011) serta penentuan fasa dalam suatu sampel kristal (Hidayat, 2013). XRD digunakan untuk menentukan sistem kristal, parameter kisi, kristalinitas, dan fasa suatu sampel. Kristalinitas menyatakan kandungan kristalin dalam suatu bahan dengan membandingkan luas kurva kristal dengan total luas amorf dan kristal. Persentase kristalinitas meningkat seiring dengan kenaikan suhu pemanasan. Suhu pemanasan yang semakin tinggi menyebabkan susunan atom semakin teratur sehingga semakin banyak terbentuk fasa kristalin (Cullity dan Stock,

2001).Hidayat (2013) melaporkan bahwa hasil XRD semua sampel dalam penelitian ini memperlihatkan terbentuknya hidroksiapatit dari reaksi antara asam fosfat dan bahan awal CaO maupun Ca(OH)₂.

Analisis FTIR pada hasil sintesis hidroksiapatit digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi OH⁻, PO₄³⁻, dan CO₃²⁻. Ketajaman puncak-puncak serapan gugus posfat sangat berpengaruh dari konsentrasi pereaksi yang digunakan saat mensintesis hidroksiapatit. Selain itu, perbedaan suhu kalsinasi juga memengaruhi intensitas pita serapan. Suhu yang semakin tinggi akan meningkatkan eliminasi CO₃²⁻(Fifia, 2008). Gugus fungsi OH⁻sangat khas untuk hidroksiapatit sehingga keberadaan pita serapan gugus hidroksil serta posfat menunjukkan bahwa hidroksiapatit telah terbentuk dalam sampel (Hidayat, 2013). Senyawa HAp dapat dikenali dari pita serapan gugus hidroksil dan posfat, sedangkan pada apatit karbonat memberikan pita serapan tambahan untuk gugus karbonat (Nurlaela, 2009).

Karakteristik kristal hidroksiapatit dapat ditinjau kembali dengan memperhatikan dan meninjau morfologi kristal hidroksiapatit melalui uji SEM. Uji ini dimungkinkan akan dapat diperoleh partikel yang benar-benar terpisah satu sama lain (Suryadi, 2011).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu batu kapur di Kabupaten Pangkep, Provinsi Sulawesi Selatan pada koordinat 119°35'53" BT sampai pada 119°38'00" BT dan 04°46'43" LS sampai 04°48'32" LS, etanol 96%, H₃PO₄ 85%, NH₄OH 1 M, akuabides, *aluminium foil*, kertas saring *whatman* 42, padatan KBr, plat aluminium, *tissue*, dan akuades.

3.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, neraca analitik Ohaus, buret 50 mL, corong saring, cawan krusch 30 mL, cawan petri, erlenmeyer 250 mL, klem dan statif, *hotplate* Idealife, *magnetic stirrer*, indikator universal, corong Buchner Staatlich Berlin, desikator, termometer, oven Spnisosfd, *Furnace* Barnstead Thermolyne-1400, *stopwatch*, Difrakrometer sinar-X Shimadzu model 6000, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) Prestige-21 Shimadzu, SEM (*Scanning Electron Microscope*) Philips 515.

3.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2016 hingga Maret 2017 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Kimia Terpadu Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, Laboratorium Mikrostruktur Jurusan Teknik Kimia

Politeknik Ujung Pandang, dan Laboratorium Mikrostruktur Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Makassar.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Analisis XRF dari Batu Kapur

Batu kapur dibersihkan dari kotoran dengan akuades lalu dikeringkan di udara terbuka. Kemudian dianalisis besar kandungan kalsium dan elemen-elemen lainnya dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*).

3.4.2 Kalsinasi Batu Kapur

Batu kapur yang telah dianalisis, kemudian dihaluskan untuk persiapan kalsinasi. Kalsinasi batu kapur dilakukan pada suhu 1000 °C selama 12, 16, dan 20 jam. Hasil kalsinasi kemudian dianalisis dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Selanjutnya, dihitung persentase kristalinitasnya.

3.4.3 Sintesis Hidroksiapatit dengan Menggunakan Metode Sol-Gel (Padmanabhan, dkk., 2009)

Serbuk CaO hasil kalsinasi dan H₃PO₄ 85% dilarutkan dalam etanol 96% masing-masing sebanyak 50 mL. Pencampuran dilakukan dengan meneteskan H₃PO₄ 85% ke dalam suspensi pada suhu 40°C dengan pengadukan 300 rpm dan laju alir 1,0 mL/menit selama 1, 2, dan 3 jam (kondisi pH tetap dijaga pada pH 9 dengan meneteskan NH₄OH 1 M). Suspensi yang dihasilkan kemudian diendapkan selama 2 hari. Setelah itu, disaring dengan menggunakan corong Buchner. Selanjutnya, endapan (krim gel putih) dilakukan pencucian dengan akuabides sedangkan fitratnya disisihkan. Kemudian, endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 1 hari hingga membentuk serbuk berwarna

putih. Serbuk yang diperoleh dipanaskan pada suhu 800 dan 900°C selama 3 jam. Hasil sinter kemudian dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM.

3.4.4 Karakterisasi dengan XRD

Difraktometer yang digunakan adalah XRD Shimadzu 6000, dengan sumber target Cu yang memiliki panjang gelombang 1.5406 Å. Sampel disiapkan sebanyak 2 g, kemudian dimasukkan ke dalam *holder* yang berukuran (2×2) cm² pada difraktometer. Sudut awal diambil pada 10° dan sudut akhir pada 70° dengan kecepatan pembacaan 2° per menit.

3.4.5 Karakterisasi dengan FTIR

Sampel disiapkan sebanyak 2 mg, dicampur dengan 100 mg KBr dan dibuat pelet. Analisis spektrum FTIR dilakukan pada kisaran bilangan gelombang dari 4.000–300 cm⁻¹.

3.4.6 Karakterisasi dengan SEM

Sampel diletakkan pada pelat aluminium dan diamati dengan menggunakan SEM dengan tegangan 10 kV, perbesaran 500 dan 5000 kali.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hidroksiapatit dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan senyawa kalsium apatit biokeramik yang dapat ditemukan dalam gigi dan tulang manusia. Senyawa ini sangat stabil sehingga dapat diimplankan sebagai pengganti tulang dan enamel gigi (Mahreni, 2012). Senyawa ini dapat disintesis dan dikarakterisasi dari batu kapur melalui beberapa tahapan yaitu karakterisasi komposisi batu kapur dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*), kalsinasi batu kapur, sintesis hidroksiapatit dengan prekursor posfat, karakterisasi kandungan hidroksiapatit dengan, XRD (*X-Ray Diffractometer*), FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

4.1 Karakterisasi Komposisi Batu Kapur dengan XRF

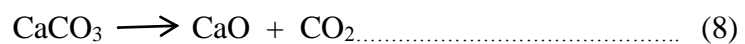
Karakterisasi komposisi batu kapur dengan XRF, merupakan tahap awal sebelum melakukan proses sintesis $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Analisis tersebut bertujuan untuk mengidentifikasi komposisi-komposisi kimia dari batu kapur, baik secara kualitatif maupun kuantitatif (Brouwer, 2010).

Berdasarkan hasil pengukuran XRF dari batu kapur yang berasal dari Kabupaten Pangkep, Provinsi Sulawesi Selatan, menunjukkan bahwa sebagian besar komposisi yang terkandung dalam batu kapur adalah Ca sebesar 99,78%. Hal ini dapat juga ditinjau berdasarkan data laporan dari Saputra dkk., (2014), dimana kandungan utama dari batu kapur yang berasal dari PT. Semen Tonasa adalah Ca, dan sisanya adalah Mg kurang dari 5%, Al, Si dan Fe.

Berdasarkan hasil pengukuran XRF yang diperoleh, menunjukkan bahwa batu kapur memiliki kandungan Ca yang sangat besar serta dapat dijadikan sebagai bahan baku untuk diolah menjadi produk hidroksiapatit.

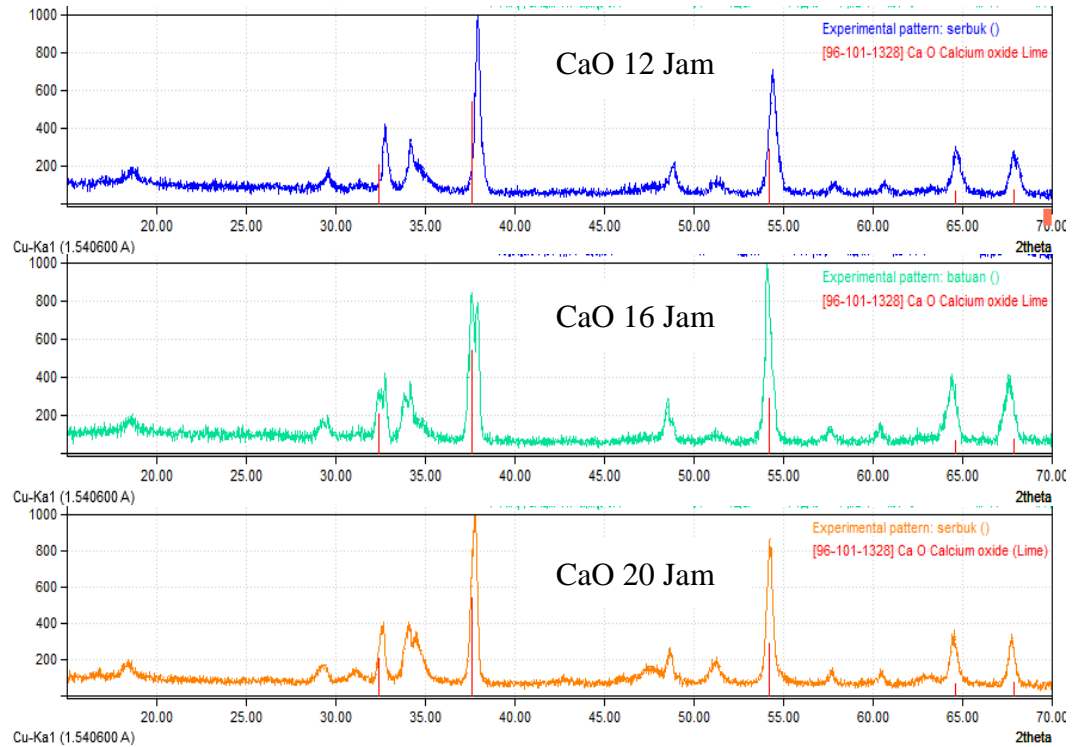
4.2 Kalsinasi Batu Kapur

Berdasarkan data hasil karakterisasi komposisi batu kapur, maka dilanjutkan dengan melakukan kalsinasi pada batu kapur dengan variasi waktu kalsinasi selama 12, 16, dan 20 jam pada temperatur 1000°C. Proses kalsinasi bertujuan untuk mengeliminasi komponen organik dan mengonversi senyawa CaCO₃(kalsium karbonat) menjadi CaO (kalsium oksida) dan CO₂ (karbon dioksida), serta membandingkan nilai persentase kristalinitas hasil kalsinasi dari masing-masing waktu kalsinasi, untuk dijadikan sebagai bahan yang akan dicampurkan dengan prekursor posfat dalam proses sintesis hidroksiapatit. Keberadaan ion karbonat harus dihilangkan karena sangat berpengaruh dalam hasil sintesis hidroksiapatit (Dahlan dkk., 2009). Adapun hasil reaksinya:



CaO yang dihasilkan dari hasil kalsinasi batu kapur, dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk dapat ditentukan CaO yang akan digunakan dalam sintesis dengan nilai persentase kristalinitas tertinggi. Gambar 6 menunjukkan pola difraksi batu kapur hasil kalsinasi selama 12, 16, dan 20 jam pada temperatur 1000°C. Pola difraksi hasil kalsinasi selama 12 jam ditunjukkan pada nilai 2θ : 32,6881°, 37,8443°, 54,2918°, 64,5805°, dan 67,7800°. Sedangkan, pola difraksi hasil kalsinasi selama 16 jam ditunjukkan pada nilai 2θ : 32,4600°, 37,6200°, 54,1193°, 64,3680°, dan 67,5483°, serta pola difraksi hasil kalsinasi selama 20 jam ditunjukkan pada nilai 2θ : 32,5848°, 37,7315°, 54,2246°, 64,4876°, dan 67,7220°.

Nilai derajat 2θ untuk setiap hasil kalsinasi sesuai dengan pola difraksi standar *Joint Cristal Powder Difrraction Standard* (JCPDS 82-1691) (Lampiran 8).



Gambar 6. Pola difraksi sinar-X dari hasil kalsinasi batu kapur pada temperatur 1000°C selama 12, 16, dan 20 jam.

Berdasarkan pola difraksi yang diperoleh, maka dapat ditentukan persentase kristalinitas dari tiap-tiap variasi waktu kalsinasi pada batu kapur. Persentase kristalinitas menunjukkan keteraturan susunan atom dalam bahan. Semakin teratur susunan atom dalam bahan, semakin tinggi tingkat kristalinitasnya. Hal ini ditunjukkan dengan semakin tinggi intensitas dan semakin sempitnya lebar setengah puncak (Prasetyani, 2008). Analisis persentase kristalinitas ini dihitung dengan membandingkan fraksi luas kristalin dengan penjumlahan fraksi luas amorf dan kristal (Lampiran 13, 14, dan 15). Tabel 3 menunjukkan nilai persentase kristalinitas dari hasil kalsinasi selama 12, 16, dan 20 jam selama 1000°C.

Tabel 3. Persentase Kristalinitas Hasil Kalsinasi CaO

Waktu Kalsinasi (Jam)	Kristalinitas (%)
12 Jam	71,21
16 Jam	73,12
20 Jam	74,27

Berdasarkan data yang dihasilkan, menunjukkan bahwa kristalinitas CaO hasil kalsinasi yang paling besar adalah pada waktu kalsinasi selama 20 jam sebesar 74,27%. Waktu kalsinasi yang lebih lama akan menyebabkan semakin banyak terbentuknya kristal, karena susunan atom dalam bahan semakin teratur (Purnama, 2006). Hasil kristalinitas yang diperoleh dari tiap-tiap waktu kalsinasi tidak begitu besar. Hal ini dikarenakan, sebagian besar komponen senyawa karbonat serta sebagian kecil dari elemen-elemen batu kapur yang terdapat dalam bahan tersebut (Qoinah dan Prasetyoko, 2010). Berdasarkan hasil tersebut, maka CaO hasil kalsinasi selama 20 jam digunakan sebagai salah satu bahan awal pembuatan HAp.

4.3 Reaksi Suspensi CaO Dengan Prekursor Posfat

Suspensi CaO hasil kalsinasi yang memiliki nilai persentase kristalinitas terbesar direaksikan dengan prekursor posfat H_3PO_4 . Proses reaksi ini diperlukan dalam kondisi basa, sehingga adanya penambahan larutan NH_4OH 1 M. Penambahan ini bertujuan untuk mengatur pH agar berada dalam kondisi basa dan menjaga nilai rasio Ca/P yang telah ditetapkan dalam penentuan stoikiometri (Lampiran 7). Parameter yang digunakan dalam proses reaksi HAp adalah waktu pengadukan dan suhu sinter. Proses pengadukan ini dilakukan

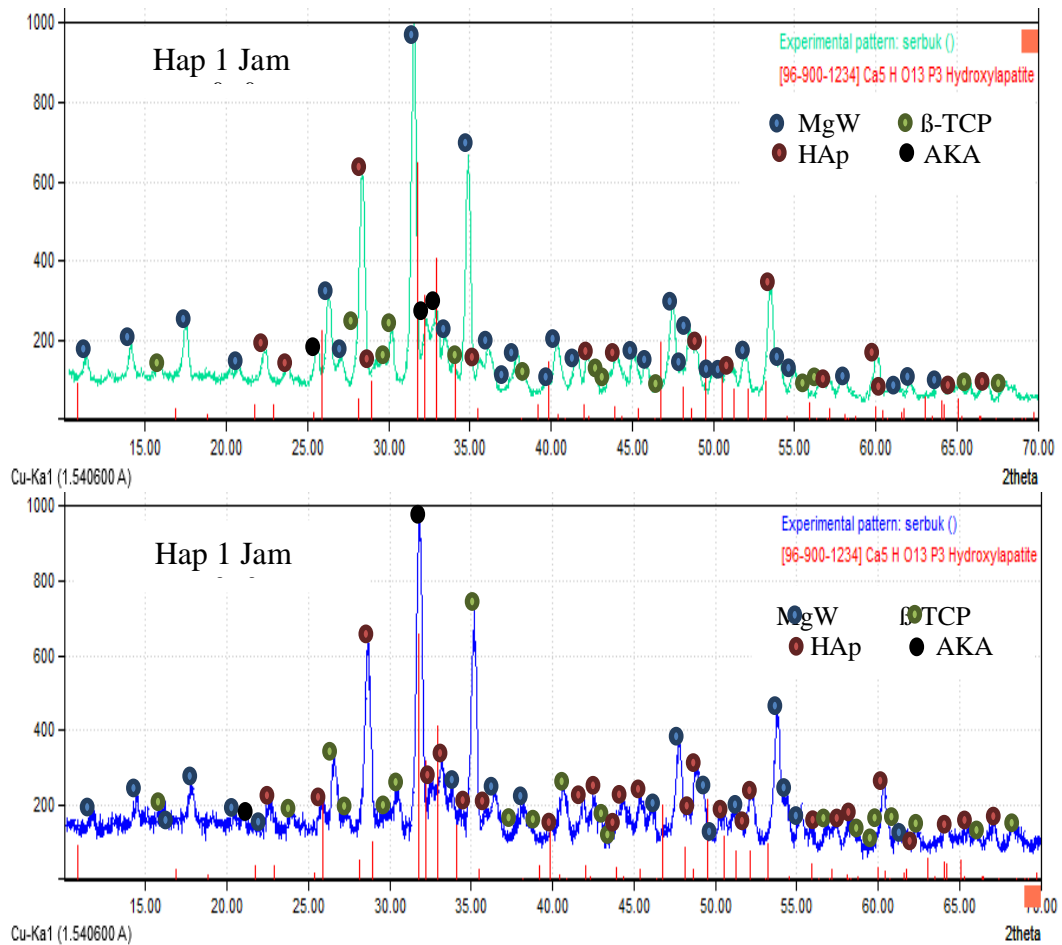
selama 1, 2, dan 3 jam, agar dapat ditentukan waktu pengadukan optimum dari setiap variasi waktu pengadukan terhadap probabilitas kemurnian fase HAp. Setelah proses pengadukan, campuran tersebut diendapkan selama 2 hari agar tercampur secara homogen. Campuran yang telah diendapkan, kemudian disaring dan dilakukan pencucian dengan menggunakan akuabides untuk memisahkan komponen pelarut (filtrat) dengan endapan (krim gel berwarna putih) yang dihasilkan dari pencampuran CaO dan H₃PO₄, serta menghilangkan komponen-komponen ammonia yang masih terdapat pada endapan. Kemudian, endapan yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 1 hari untuk menghasilkan serbuk HAp dalam keadaan kering.

Sampel hasil sintesis selanjutnya disinter pada suhu 800 dan 900 °C untuk menentukan suhu optimum pembentukan HAp. Sama halnya dengan parameter waktu pengadukan, perlakuan panas dilakukan untuk menghilangkan pengotor pada hasil sintesis dan mempelajari efek perubahan temperatur terhadap ukuran partikel, kristalinitas, dan probabilitas kemurnian hidroksiapatit hasil sintesis. Karakterisasi hidroksiapatit hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

4.3.1 Karakterisasi Hasil Sinter Dengan XRD

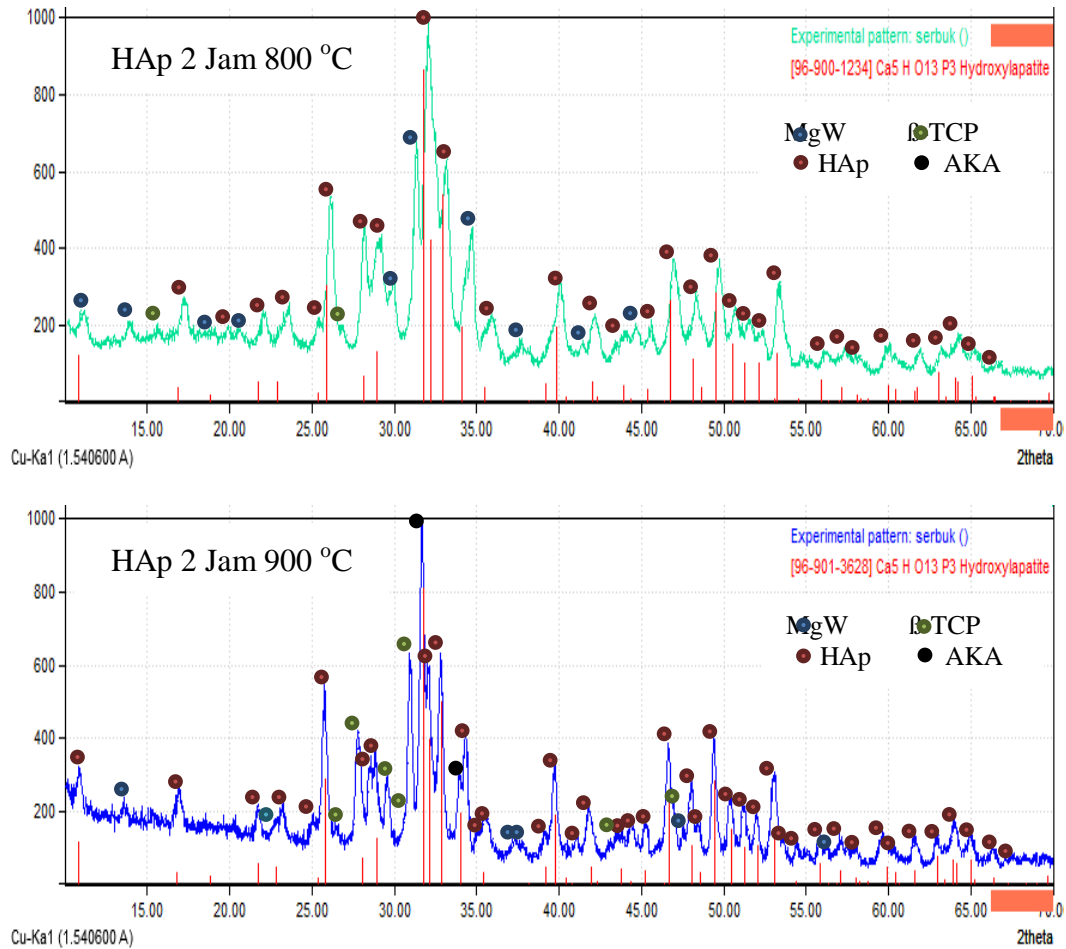
Hasil analisis dengan difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fase dan karakterisasi struktur kristal nanopartikel (Shahwan, dkk., 2011). Sinar-X menembus ke dalam nanomaterial dan pola difraksi yang dihasilkan, dibandingkan dengan data standar untuk memperoleh informasi struktur (Mittal, dkk., 2013).

Untuk menentukan waktu pengadukan dan suhu optimum dari HAp hasil sintesis, dilakukan perhitungan probabilitas fase sampel hasil XRD melalui pencocokan dengan data standar JCPDS, diantaranya data JCPDS 24-0033 untuk Hidroksiapatit [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$] (HAp), JCPDS 09-0169 untuk β -Trikalsium Posfat [$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$] (β -TCP), JCPDS 35-0180 untuk Karbonat Apatit [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$] (AKA) dan data *American Mineralogist* AM 120-133 untuk Magnesium Whitlockite $\text{Ca}_{18}\text{Mg}_2\text{H}_2(\text{PO}_4)_{14}$ (MgW). Difraktogram XRD dari hasil sintesis, ditunjukkan berdasarkan waktu pengadukan dan suhu sinter. Hasil analisis HAp pada waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Pola Difraksi Sinar-X untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 dan 900°

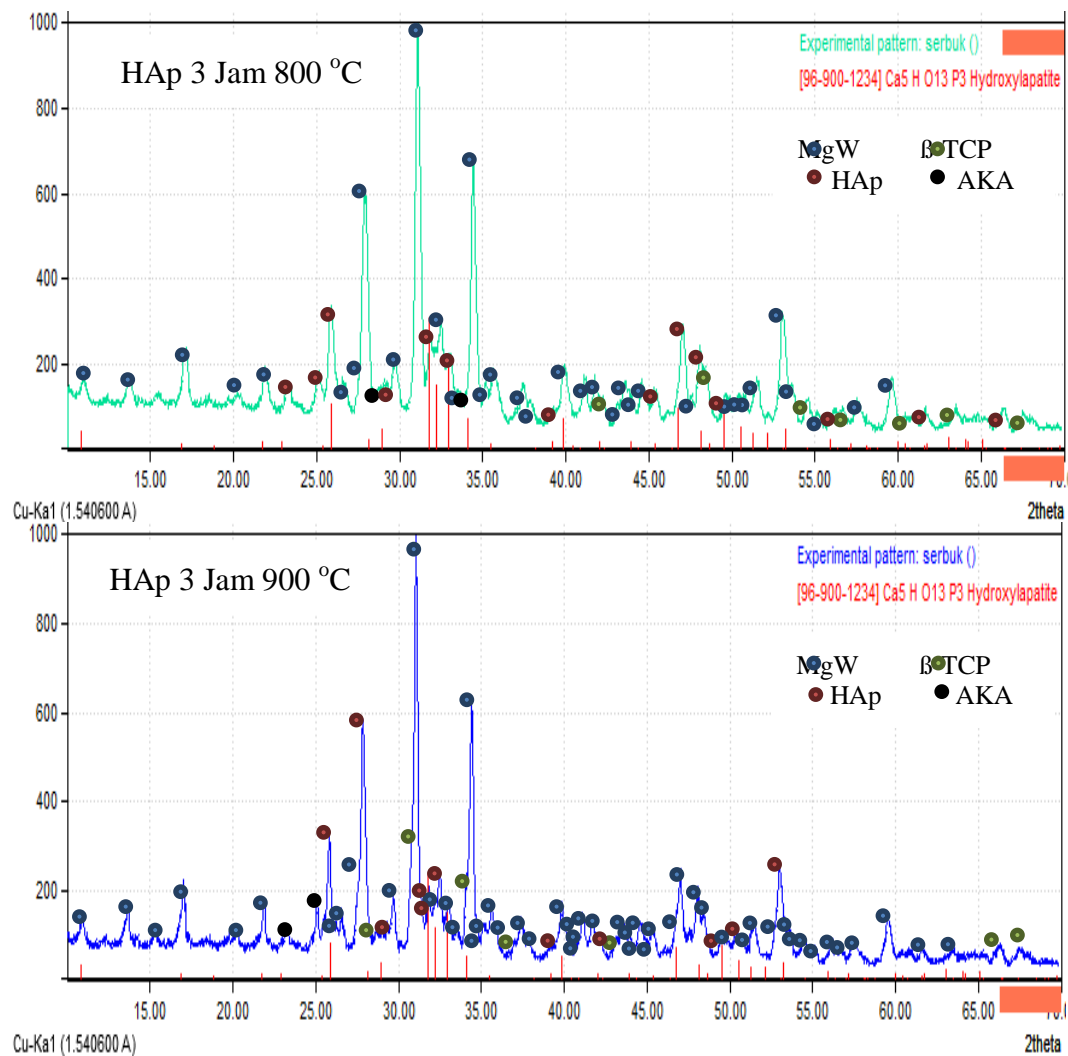
Hasil XRD menunjukkan bahwa masing-masing sampel memiliki perbedaan, dalam hal keberadaan fase HAp dengan masing-masing impuritas yaitu β -TCP, AKA, dan MgW. Untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800°C, menunjukkan terdapat fase lain dengan senyawa yang paling dominan adalah $\text{Ca}_{18}\text{Mg}_2\text{H}_2(\text{PO}_4)_{14}$ sebesar 48,38709% (Lampiran 16), sehingga probabilitas fase HAp yang diperoleh hanya 24,19354%. Hal ini ditunjukkan oleh puncak-puncak spektrum pada sampel HAp hasil sintesis tidak sesuai dengan data JCPDS dari HAp. Selain itu, puncak-puncak tertinggi didominasi oleh fase MgW yaitu pada sudut 31,3338° dan 34,6820°, sedangkan sudut 28,1583° merupakan fase HAp. Pola difraksi XRD untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900°C, menunjukkan bahwa probabilitas kemurnian tertinggi berada pada fase HAp sebesar 40% (Lampiran 17). Dengan demikian, fase HAp sudah mulai mendominasi setiap puncak-puncak spektrum. Meskipun puncak tertinggi pada sudut 31,6694°, 35,0171°, dan 28,5082° masing-masing merupakan fase AKA, β -TCP, dan HAp (Lampiran 20). Hal ini disebabkan karena banyaknya pergeseran spektrum pada fase HAp sintesis dengan data standar. Penambahan suhu sinter menunjukkan adanya pengaruh yang signifikan terhadap probabilitas fase HAp. Selain itu, hasil analisis XRD untuk sampel HAp pada waktu pengadukan selama 2 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Pola Difraksi Sinar-X untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 dan 900°C.

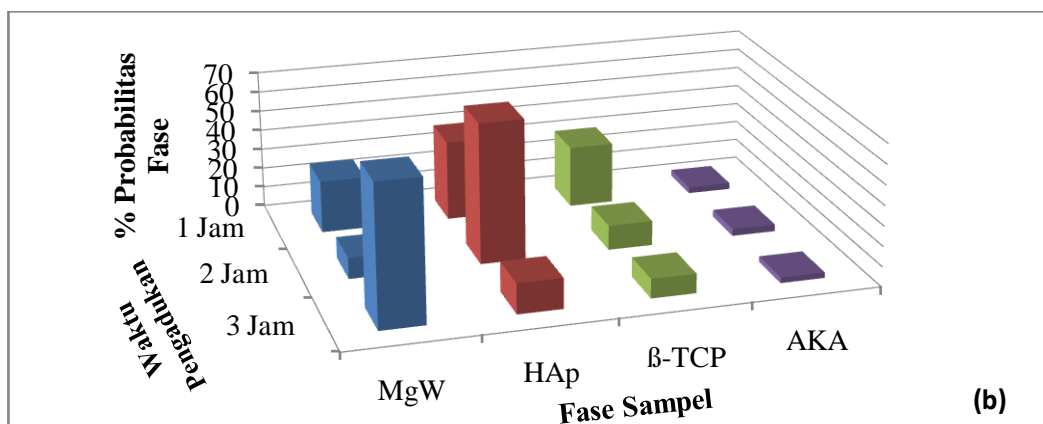
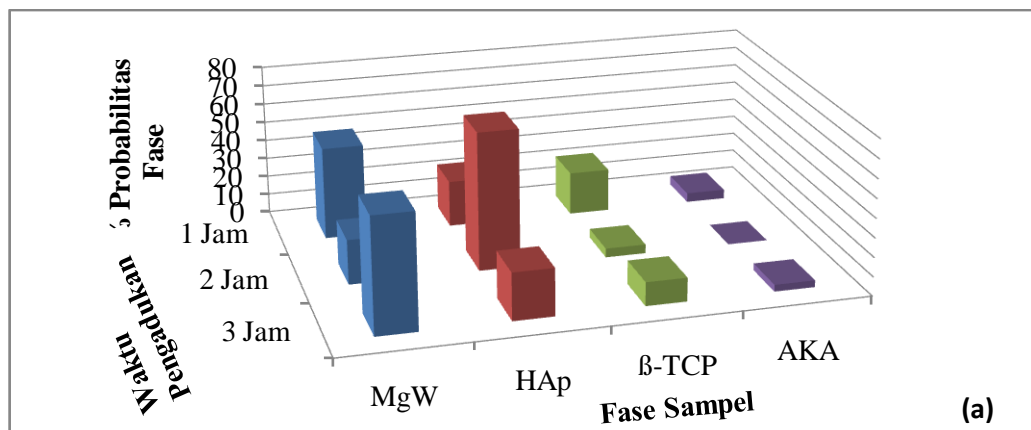
Difraktogram sinar-X pada sampel HAp untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800°C, menunjukkan bahwa puncak tertinggi pada sudut 32,0000° dan 32,9600° adalah fase HAp serta pada sudut 31,2600° adalah fase MgW. Sedangkan, untuk suhu sinter 900°C menunjukkan bahwa puncak tertinggi pada sudut 31,6068°, 32,7137°, dan 30,8758° masing-masing adalah fase AKA, HAp, dan β-TCP. Akan tetapi, secara keseluruhan puncak difraktogram sinar-X untuk kedua sampel dengan waktu pengadukan 2 jam telah didominasi oleh HAp dibandingkan untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900°C. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 8, dimana kesesuaian puncak-puncak spektrum dengan

data standar HAp sangat mendominasi. Selain itu, keberadaan fase-fase lainnya seperti β -TCP dan MgW tidak begitu banyak pada sampel. Sehingga diperoleh probabilitas fase HA untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800°C sebesar 72,09302% (Lampiran 18) dan pada suhu sinter 900°C sebesar 73,68421% (Lampiran 19). Sedangkan hasil analisis XRD pada waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C, ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Pola Difraksi Sinar-X untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 dan 900 °C.

Difraktogram sinar-X sampel untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C, menunjukkan bahwa probabilitas fase HAp sangat menurun dan sebagian besar didominasi oleh probabilitas fase MgW sebesar 59,64912% untuk suhu sinter 800°C dan 72,60273% untuk 900°C. Hal ini juga ditunjukkan bahwa, untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800°C, puncak tertinggi pada sudut 31,0472°, 34,3900°, dan 27,8735° adalah fase MgW sedangkan untuk suhu sinter 900°C, puncak tertinggi pada sudut 31,2204° dan 34,5753° adalah fase MgW dan pada sudut 28,0383° adalah fase HAp. Oleh karena probabilitas fase MgW sangat mendominasi pada kondisi ini, sehingga hanya diperoleh probabilitas fase HAp sebesar 24,56140% untuk suhu sinter 800°C (Lampiran 20) serta 15,06849% untuk suhu sinter 900°C (Lampiran 21).



Gambar 10. Persentase Probabilitas Fase Sampel dari Setiap waktu Pengadukan Untuk Suhu Sinter 800°C (a) dan 900°C (b).

Sebagian besar sampel tersebut ditunjukkan oleh keberadaan fase MgW (Magnesium Whitlockite) untuk setiap sampel. Suhu sinter dan waktu pengadukan yang berlebih akan menyebabkan terjadinya pergantian gugus fungsi dimana posisi Ca tersubstitusi oleh Mg yang berasal dari komponen batu kapur. Keberadaan komponen logam-logam ini diperkuat oleh data SEM, sehingga untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900°C probabilitas fase MgW sangat meningkat. Yuliati (2008) juga melaporkan bahwa sampel telur yang digunakan untuk mensintesis HAp pada suhu 1000°C, terjadi penggantian gugus fungsi dimana tempat Ca digantikan oleh Mg sehingga pada temperatur ini jumlah whitlockite lebih banyak daripada hidroksiapatit yang dapat diketahui dari hasil pola XRD. Keberadaan fase ini tidak membahayakan bagi manusia, karena Mg-whitlockite sering digunakan dalam dunia patologi khususnya dalam kalkulus gigi. Untuk fase β -Ca₃(PO₄)₂, memiliki persentase probabilitas yang tidak terlalu besar, tetapi keberadaan fase ini menunjukkan bahwa gugus OH mulai lepas (Rosmawati, 2014). Sedangkan fase Ca₁₀(PO₄)₆CO₃ memiliki probabilitas yang sangat kecil karena proses sintesis dilakukan dalam keadaan vakum, sehingga tidak terlalu besar pengaruh kontak udara dengan HAp saat proses sintesis.

Kristalinitas sampel hasil sintesis dengan menggunakan XRD diperlukan untuk dapat mengetahui keteraturan susunan atom dalam suatu bahan, sehingga pada penelitian dilakukan penentuan persentase kristalinitas HAp hasil sintesis. Kristalinitas HAp hasil sintesis dihitung dengan menggunakan metode Landi (Landi, dkk., 2004):

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\% \dots\dots\dots(9)$$

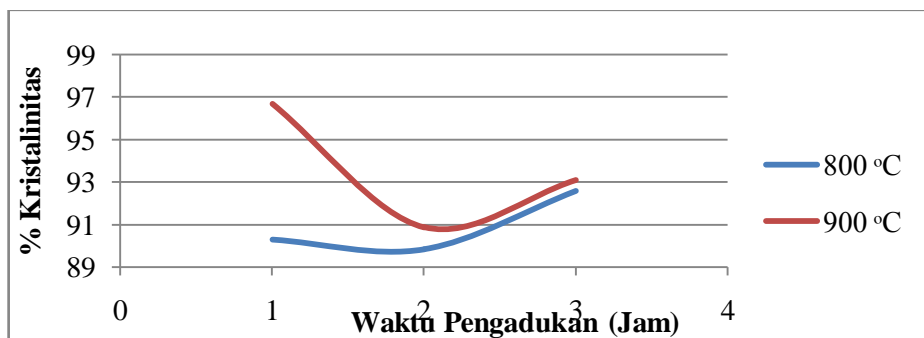
dimana Xc merupakan % kristalinitas, V₁₁₂₋₃₀₀ merupakan puncak terendah antara puncak-puncak hasil difraksi indeks miller (112) dan (300) sebagai indeks miller

dengan tingkat intensitas tertinggi, dan I_{300} merupakan intensitas puncak yang dihasilkan oleh indeks miller 300 (Lampiran 22 - 27). Tabel 4 menunjukkan persentase kristalinitas untuk setiap waktu pengadukan dan suhu sinter.

Tabel 4. Hasil Perhitungan Persentase Kristalinitas HAp Sintesis

No.	Waktu Pengadukan (Jam)	Suhu Sinter (°C)	Kristalinitas (%)
1	1	800	90,281
		900	96,674
2	2	800	89,826
		900	90,867
3	3	800	92,573
		900	93,102

Persentase kristalinitas yang diperoleh ditinjau berdasarkan karakteristik puncak-puncak yang dimiliki oleh fase HAp. Puncak-puncak pada HAp pada waktu pengadukan 2 jam menunjukkan puncak-puncak yang melebar pada intensitas tertinggi (indeks miller 112 dan 300) sehingga kristalinitas HAp lebih kecil. Berbeda halnya dengan waktu pengadukan 1 dan 3 jam, diperoleh kristalinitas yang cukup tinggi. Suryadi (2011) melaporkan bahwa kristalinitas mulai meningkat seiring dengan peningkatan suhu sinter yang ditandai dengan puncak-puncak yang sempit. Hal ini juga sesuai dengan data pada Tabel 4, bahwa kristalinitas untuk setiap waktu pengadukan pada suhu sinter 900 °C lebih tinggi dibandingkan suhu sinter 800 °C.



Gambar 11. Persentase Kristalinitas Fase Sampel HAp Terhadap Waktu Pengadukan Suhu Sinter

Hasil XRD dari sampel hasil sintesis, dapat menunjukkan ukuran suatu sampel. Oleh karena itu, pada penelitian ini juga dilakukan penentuan ukuran hidroksiapatit hasil sintesis. Ukuran kristal hidroksiapatit dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Debyr-Scherrer:

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} \dots \dots \dots (10)$$

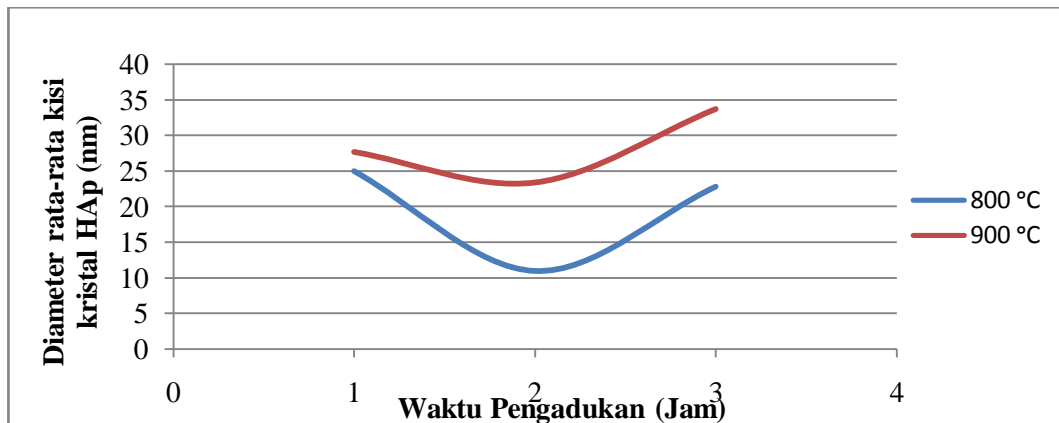
Dimana, D adalah ketebalan kristal, k adalah konstanta (0,98), λ adalah panjang gelombang sinar-X (1,5406 Å) dan β adalah lebar keseluruhan dari setengah maksimal refleksi pada sudut Bragg 2θ . Pola XRD Gambar 7, 8, dan 9 menunjukkan puncak yang kuat pada spektrum dengan jarak nilai 2θ dari 10° sampai 70° . Diameter rata-rata kisi kristal dari partikel hidroksiapatit ditunjukkan pada Tabel 5 untuk setiap parameter waktu pengadukan dan suhu sinter, dimana ukuran tersebut diperoleh dari puncak FWHM hidroksiapatit yang memiliki intensitas tinggi, dan ukuran ini termasuk dalam ukuran nano. Perhitungan diameter kisi kristal dapat dilihat pada Lampiran 28 – 33. .

Tabel 5. Hasil Perhitungan Diameter Kisi Kristal HAp Hasil Sintesis

No	Waktu Pengadukan	Suhu Sinter	2θ (°)	$d(\text{Å})$	FWHM (°)	D (nm)	
1	1 Jam	800°C	28,1583	3,16654	0,38420	23,40744	
			48,7000	1,86826	0,34500	27,85572	
			22,1625	4,00779	0,37500	23,55351	
		Rata-Rata					24,93889
		900°C	28,5082	3,12847	0,40580	22,17004	
			48,6600	1,86970	0,35000	27,25235	
22,4875	3,95059		0,42500	33,55510			
Rata-Rata					27,65916		
2	2 Jam	800°C	32,0000	2,79461	1,23340	7,31837	
			26,0187	3,42188	0,63460	14,03141	
			32,9600	2,71538	0,79260	11,40317	

		Rata-Rata				10,91765	
		900°C	32,7137	2,73526	0,36500	24,83191	
			25,6789	3,46639	0,35620	25,20501	
			31,9800	2,79632	0,45000	20,02361	
		Rata-Rata				23,35351	
3	3 Jam	800°C	25,8367	3,44557	0,40110	22,23535	
			31,8000	2,81173	0,38280	23,62723	
			32,9600	2,71538	0,40440	22,40030	
			Rata-Rata				22,75429
		900°C	28,0383	3,17982	0,29920	29,89663	
			25,9806	3,42681	0,24400	36,91394	
			31,9876	2,79567	0,26280	34,31318	
			Rata-Rata				33,70790

Rata-rata diameter kisi kristal HAp didapatkan dari 3 puncak HAp yang memiliki intensitas paling tinggi pada data hasil XRD dengan ukuran nano yaitu 10 - 33 nm.

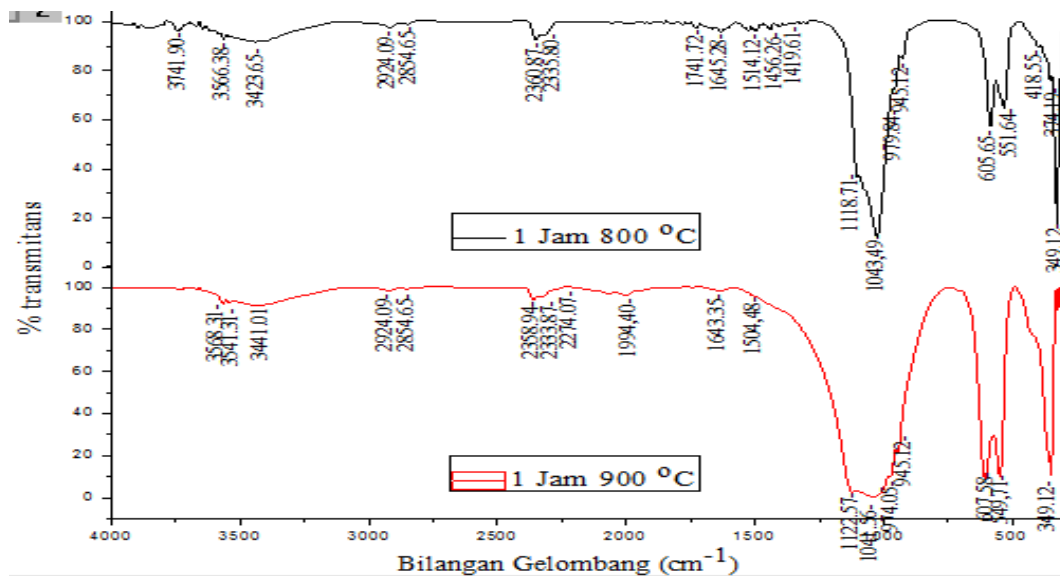


Gambar 12. Pengaruh diameter kisi kristal HAp terhadap waktu pengadukan dan suhu sinter

Berdasarkan grafik diameter rata-rata kisi kristal terhadap waktu pengadukan dan suhu sinter menunjukkan bahwa, kenaikan suhu menyebabkan besarnya ukuran kisi kristal suatu sampel. Oleh karena itu, suhu berpengaruh terhadap besar kristalit dari HAp yang dihasilkan.

4.3.2 Karakterisasi Dengan FTIR

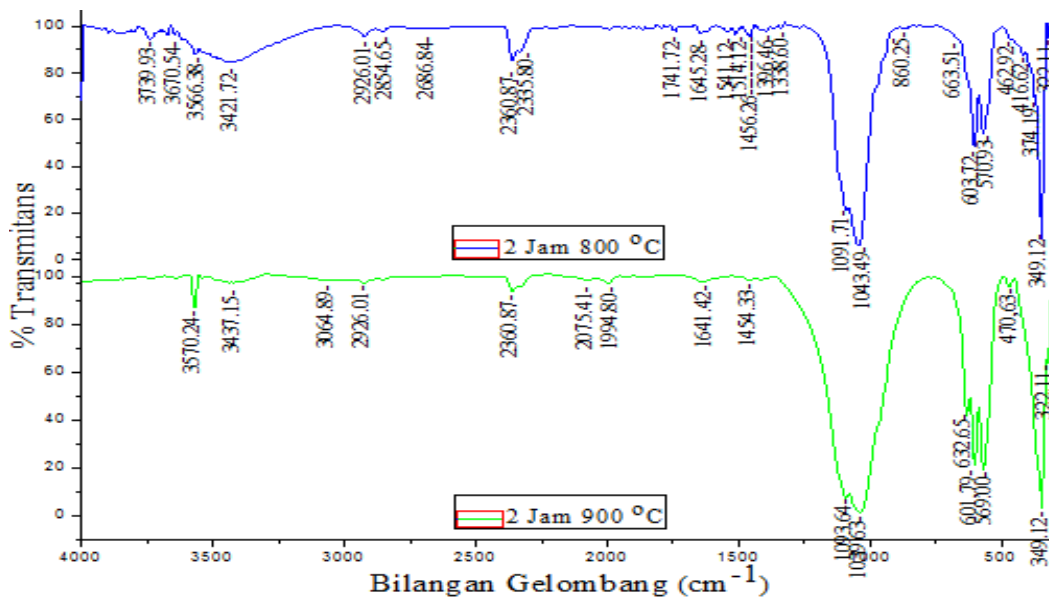
Analisis dengan menggunakan FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi kemungkinan biomolekul dan gugus fungsi yang bertanggung jawab dalam pembentukan nanopartikel. Spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi OH⁻, PO₄³⁻, dan CO₃²⁻ yang merupakan gugus fungsi penyusun HAp.



Gambar 13. Spektrum FTIR Hidroksiapatit untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 dan 900°C.

Gambar 13 menunjukkan bahwa HAp merupakan senyawa yang dominan terbentuk. Untuk HAp pada waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800°C, spektrum yang menunjukkan serapan PO₄³⁻ terletak pada daerah 979,84 cm⁻¹; 374,19 cm⁻¹; 1043,49 cm⁻¹; 605,65 cm⁻¹; 551,64 cm⁻¹. Sedangkan untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 900°C, serapan PO₄³⁻ terletak pada daerah 974,05 cm⁻¹; 1041,56 cm⁻¹; 607,58 cm⁻¹; 549,71cm⁻¹. Untuk HAp pada waktu pengadukan 1 jam dengan suhu sinter 800°C, keberadaan gugus OH⁻ terdapat pada daerah 3423,65 cm⁻¹ dan menunjukkan serapan yang tajam pada daerah 3566,38 cm⁻¹. Sedangkan untuk waktu pengadukan 1 jam dengan suhu

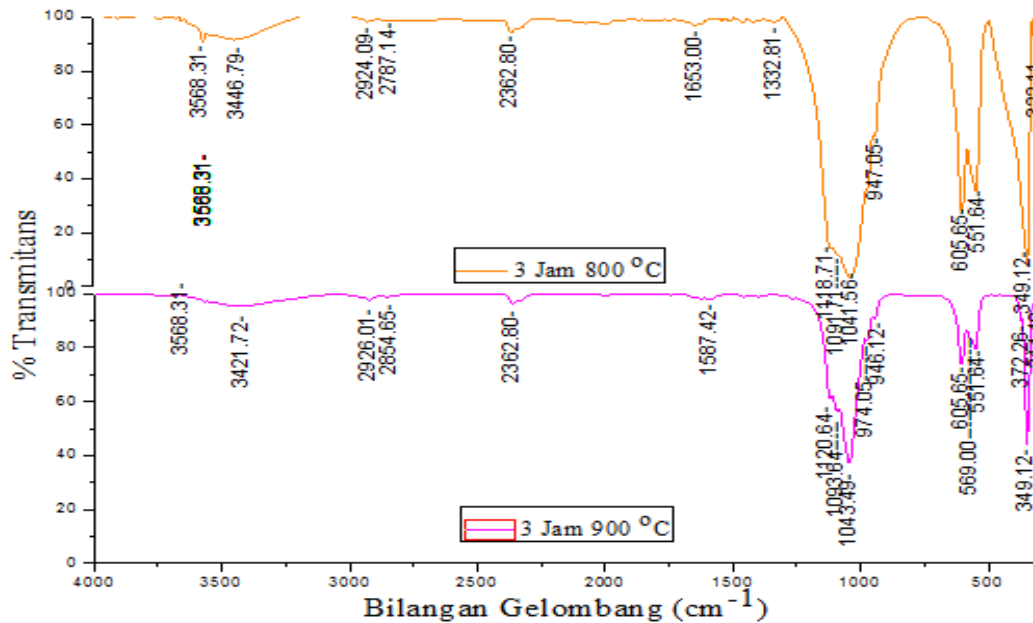
sinter 900°C, gugus OH⁻ terletak pada daerah 3441,01 cm⁻¹ dan serapan tajam terletak pada daerah 3568,31 cm⁻¹. Selain itu, HAp pada waktu pengadukan 1 jam selama suhu sinter 800°C, serapan di daerah 1456,26 cm⁻¹ menunjukkan keberadaan gugus karbonat (CO₃²⁻). Sedangkan untuk suhu sinter 900°C tidak menunjukkan keberadaan gugus (CO₃²⁻).



Gambar 14. Spektrum FTIR Hidroksiapatit untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 dan 900°C.

Gambar 14 menunjukkan bahwa HAp merupakan senyawa yang dominan terbentuk. Untuk HAp pada waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800°C, spektrum yang menunjukkan serapan PO₄³⁻ terletak pada daerah 374,19 cm⁻¹; 1091,71 cm⁻¹; 1043,49 cm⁻¹; 603,72 cm⁻¹; 570,93 cm⁻¹. Sedangkan untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 900°C, serapan PO₄³⁻ terletak pada daerah 1093.64 cm⁻¹; 1039,63 cm⁻¹; 601,79 cm⁻¹; 569,00cm⁻¹. Untuk HAp pada waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 800°C, keberadaan gugus OH⁻ terdapat pada daerah 3421,72 cm⁻¹ dan menunjukkan serapan yang tajam pada daerah 3566,38 cm⁻¹. Sedangkan untuk waktu pengadukan 2 jam dengan suhu

sinter 900°C, gugus OH terletak pada daerah 3437,15 cm⁻¹ dan serapan tajam terletak pada daerah 3570,24 cm⁻¹. Selain itu, HAp pada waktu pengadukan 2 jam selama suhu sinter 800°C, serapan di daerah 1456,26 cm⁻¹ menunjukkan keberadaan gugus karbonat (CO₃²⁻). Sedangkan untuk suhu sinter 900°C, keberadaan gugus (CO₃²⁻) ditunjukkan pada daerah 1454,33 cm⁻¹.



Gambar 15. Spektrum FTIR Hidroksiapatit untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 dan 900°C.

Gambar 15 menunjukkan bahwa HAp merupakan senyawa yang dominan terbentuk. Untuk HAp pada waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800°C, spektrum yang menunjukkan serapan PO₄³⁻ terletak pada daerah 947,05 cm⁻¹; 1091,71 cm⁻¹; 1041,56 cm⁻¹; 605,65 cm⁻¹; 551,64 cm⁻¹. Sedangkan untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900°C, serapan PO₄³⁻ terletak pada daerah 945,12 cm⁻¹; 372,26 cm⁻¹; 1093,64 cm⁻¹; 1043,49 cm⁻¹; 605,65 cm⁻¹; 569,00cm⁻¹. Untuk HAp pada waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800°C, keberadaan gugus OH terdapat pada daerah 3446,79 cm⁻¹ dan menunjukkan serapan yang tajam pada daerah 3568,31 cm⁻¹. Sedangkan untuk

waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 900°C, gugus OH⁻ terletak pada daerah 3421,72 cm⁻¹ dan serapan tajam terletak pada daerah 3568,31 cm⁻¹. Sedangkan, HAp untuk waktu pengadukan 3 jam dengan suhu sinter 800 dan 900°C tidak menunjukkan adanya gugus karbonat.

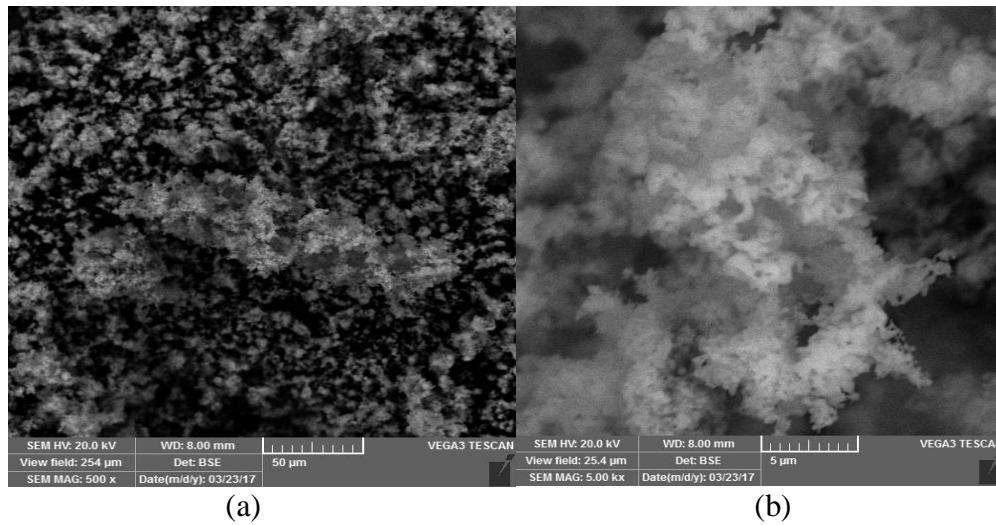
Hasil FTIR untuk setiap parameter waktu pengadukan dan suhu sinter memperkuat dugaan bahwa secara keseluruhan senyawa yang dominan terbentuk adalah hidroksiapatit. Menurut Vandiver dkk., (2004), ion posfat dapat ditemukan pada hidroksiapatit dalam 4 mode vibrasi, yaitu vibrasi *stretching* (ν_1) dengan bilangan gelombang sekitar 956 cm⁻¹, vibrasi *bending* (ν_2) dengan bilangan gelombang sekitar 363 cm⁻¹, vibrasi asimetri *stretching* (ν_3) dengan bilangan gelombang 1030 sampai 1090 cm⁻¹, dan vibrasi antisimetri *bending* (ν_4), dengan bilangan gelombang sekitar 562 sampai 603 cm⁻¹ dalam bentuk pita belah dan merupakan pita terkuat.

Gugus OH⁻ yang terbentuk, berada pada bilangan gelombang 3600 sampai 3200 cm⁻¹ dan merupakan gugus penyusun Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂. Selain itu, keberadaan gugus karbonat (CO₃²⁻) mengidentifikasi bahwa terdapatnya Ca₁₀(PO₄)₆CO₃ yang belum mengalami transformasi menjadi Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ selama proses sinter (Harlim, 1986).

4.3.3 Karakterisasi Dengan SEM

Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) terhadap sampel hasil sintesis dilakukan untuk mengamati morfologi permukaan nanopartikel HAp. Instrumen SEM dapat mengidentifikasi karakteristik fisik dari HAp diantaranya, ukuran, bentuk, struktur, dan morfologi dari nano kristal HAp yang terbentuk. Hasil analisis SEM dilakukan pada sampel HAp yang memiliki probabilitas yang

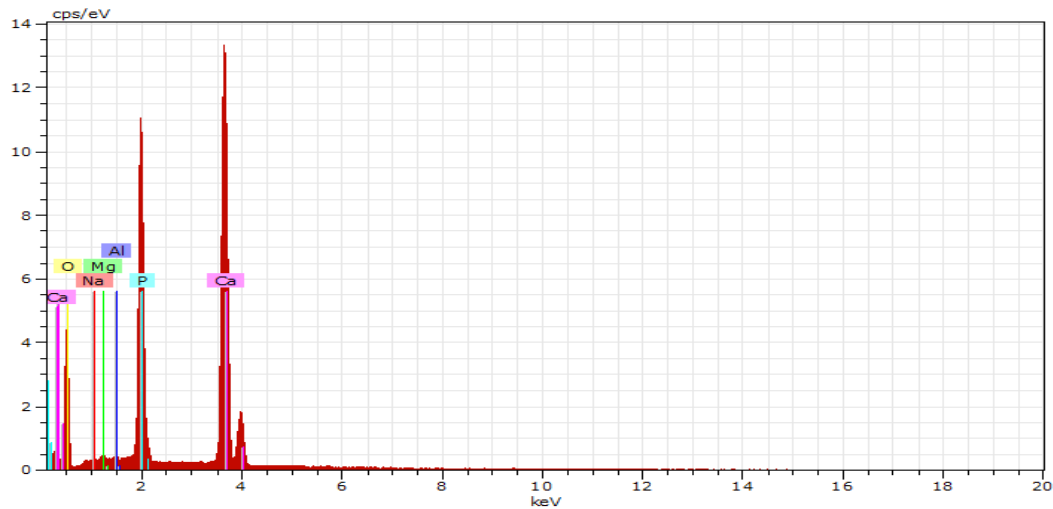
tinggi yaitu HAp pada waktu pengadukan 2 jam dengan suhu sinter 900 °C. Hasil SEM dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Morfologi HAp Hasil Sintesis Dengan Perbesaran 500x dan Perbesaran 5000x

Gambar 16 menunjukkan bahwa sampel HAp pada perbesaran 500x (a), memperlihatkan adanya aglomerasi dari partikel-partikel tersebut. Selain itu, terdapat beberapa sampel HAp yang berbentuk *spherical* (bulat) yang tidak sama besar dan cenderung membentuk granular. Pada perbesaran 5000x (b), morfologi sampel hidroksiapatit menunjukkan gumpalan yang cukup besar tetapi memiliki pori pada permukaan morfologi sampel. Hal ini juga dilaporkan oleh Muhara dkk., (2015) bahwa morfologi yang cukup besar, menggumpal, dan tidak memiliki pori pada permukaannya, menunjukkan adanya kalsium oksida pada sampel. Apabila gumpalan masih besar tetapi mulai memiliki pori pada permukaan morfologi sampel, menunjukkan masih adanya senyawa posfat lain yaitu trikalsium posfat. Berdasarkan morfologi yang diperoleh menunjukkan adanya kecocokan pada standar HAp murni, dimana Castro (1992) melaporkan bahwa HAp murni memiliki bentuk bulat dengan dominasi partikel-partikel yang mengalami aglomerasi.

Instrumen *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) merupakan salah satu instrument yang dirangkai pada alat SEM. Analisis EDS dapat memberikan informasi secara kualitatif dan kuantitatif tentang komposisi suatu sampel (Muhara, dkk., 2015).



Gambar 17. Hasil EDS Hidroksiapatit Hasil Sintesis

Hasil analisis EDS komposisi atom dan senyawa hidroksiapatit hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Komposisi Atom dan Senyawa Hidroksiapatit Hasil Sintesis

Atom	Komposisi (%)	Senyawa	Komposisi Senyawa %
Na	0,35	Na ₂ O	0,54
Mg	0,30	MgO	0,57
Al	0,07	Al ₂ O ₃	0,15
P	15,83	P ₂ O ₅	41,38
Ca	35,94	CaO	57,36
O	35,18		00,00

Tabel 6 menunjukkan komposisi hasil sintesis yang didominasi oleh oksigen (O) sebesar 35,18%, kalsium sebesar 35,94%, dan posfor (P) sebesar 15,83%. Selain itu, unsur-unsur pengotor lainnya terbentuk dari senyawa kalsium yang masih belum murni ditambah pula unsur-unsur tersebut belum tereliminasi

secara sempurna pada saat proses sintering (Cahyati, 2014). Hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya unsur-unsur tersebut mempengaruhi banyaknya unsur Ca dan P yang terbentuk dalam sampel.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini, diperoleh kesimpulan:

1. Bahan alam batu kapur sangat berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan baku dalam sintesis $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ karena kadar kalsiumnya yang tinggi, yakni sebesar 99,78%.
2. Waktu pengadukan optimum pembentukan $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah 2 jam.
3. Suhu sinter optimum pembentukan $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah 900°C .
4. Probabilitas kemurnian HAp tertinggi adalah 73,68421%.

5.2 Saran

Penelitian ini diharapkan dapat dikembangkan dengan parameter lainnya seperti, kecepatan pengadukan dan pH optimum untuk menyempurnakan sintesis senyawa $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dengan menggunakan metode ini, agar diperoleh kemurnian $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ yang lebih baik. Selain itu, dapat pula dilakukan penelitian sintesis $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dengan menggunakan metode-metode lain, seperti hidrotermal dan sebagainya, sehingga dapat dibandingkan tingkat kemurnian yang lebih baik untuk setiap metode dari senyawa yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Arrafiqie, M. F., Azis, Y., Zultiniar, 2016, Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Kulit Kerang Lokan (*Geloina expansa*) Dengan Metode Hydrothermal, *Journal FTEKNIK*, **3**(1): 1-8.
- Atia, N. Sidiqia, Nina, D., Bambang, S., Renny, F., 2012, Surface Modification of Multilayer Coatings Ti-Al-Cr and Hydroxyapatite on Calcium Phosphate Cement with Sol-Gel Method, *Journal of Dentistry Indonesia*, **19**(2): 43-46.
- Balamurugan, A. M. J., Faure, J., Benhayoune, H., Wortham, L., Sockalingum, G., Banchet, V., Bouthors, S., Laurent-Maquin, D., Balossier, G., 2006, Synthesis and Structural Analysis of Sol-Gel Derived Stoichiometric Monophasic Hydroxyapatite. *CERAMICS SILIKATY*, **50**(1): 27-31.
- Cahyati, C., 2014, *Observasi Morfologi dan Komposisi Hidroksiapatit yang Terbuat dari Cangkang Telur Ayam Kampung dan Ayam Ras*, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Corno, M., Busco, C., Civalleri, B., Ugliengo, P., 2006, Periodic ab Initio Study of Structural and Vibrational Features of Hexagonal Hydroxyapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, *Physical Chemistry Chemical Physics*, **8**(21): 2464, 2472.
- Cullity, B. D., dan Stock, S. R., 2001, *Elements of X-Ray Diffraction*, Prentice Hall, New Jersey (US).
- Dahlan, K., Prasetyanti, F., dan Sari, Y. W., 2009, Sintesis Hidroksiapatit dari Kulit Telur Menggunakan Dry Metode, *Jurnal Biofisika*, **5**(2): 71-78.
- Deptupla, A., Chwastowska, J., Łada, W., Olczak, T., Wawszczak, D., Sterlińska, E., Sartowska, B., Brykała, M., Goretta, K. C., 2006, Sol-Gel Derived Hydroxyapatite and Its Application to Sorption of Heavy metal, *Science and Technology*, **45**: 2198 – 2203.
- Dorozhkin, S. V., 2010, Calcium Orthophosphates as Bioceramics: State of the Art. *Journal of Functional Biomaterials*, **1**(1): 22-27.
- Farzadi, A., dan Soliati, H. M., 2011, Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite/ β -Ricalcium Phosphate Nanocomposites Using Microwave Irradiation, *Jurnal Science Direct*, **37**: 65-71.

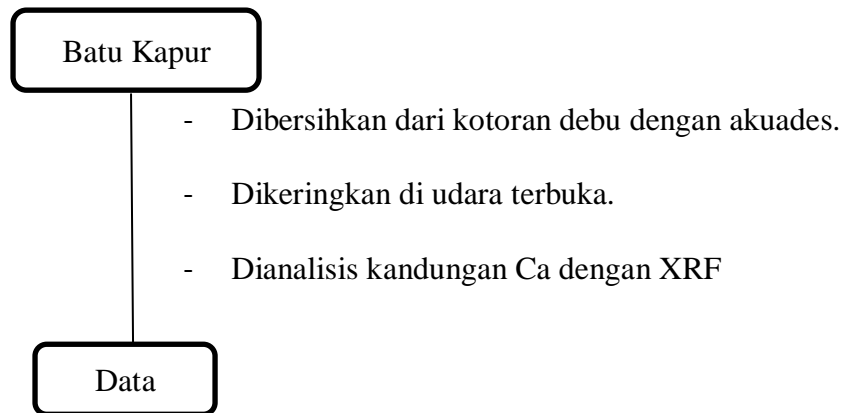
- Fifia, Z., 2008, *Spektroskopi Inframerah, Serapan Atomik, dan Ultraviolet-Visible Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur*, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Gomes, J. F. G., Christina, C., Silva, M. A., Hoyos, M., Silva, R., Vieira, T., 2008, An Investigation of the Synthesis Parameters of the Reactions of Hydroxyapatite Precipitation in Aqueous Media, *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, **6**: 103.
- Hamimu, L., Hasriani, Jahidin, 2012, Karakterisasi Sifat Fisika Batu Kapur Di Desa Labaha Kecamatan Watopute Kabupaten Muna, *Jurnal Aplikasi Fisika*, **8**(2): 70 – 76.
- Hidayat, T., 2013, *Sintesis dan Pencirian Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Hijau dengan Metode Sol-Gel*, Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Jillavenkatesa, A., dan Condrate Sr, R. A., 1998, Sol-gel Processing of Hydroxyapatite, *Journal of Materials Science*, **33**(16): 4111-4119.
- Kehoe, S., 2008, *Optimisation of Hydroxyapatite (HAp) for Orthopaedic Application via the Chemical Precipitation Technique*, Thesis, School of Mechanical and Manufacturing Engineering, Dublin City University, Ireland.
- Landi, E., Tampieri, A., Celotti, G., dan Spiro, S., 2004, Densification Behaviour and Mechanisms of Synthetic Hydroxyapatite, *Journal of European Ceramics Society*, **3**(1): 45-53.
- Li, P., dan Groot, K., 1994, Better Bioactive Ceramics Through Sol-Gel Process. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **2**(1): 797-801.
- Lukman, M., Yudyanto., Hartatiek, 2012, Sintesis Biomaterial Komposit CaO.SiO₂ Berbasis Material Alam (Batuan Kapur Dan Pasir Kuarsa) Dengan Variasi Suhu Pemanasan Dan Pengaruhnya Terhadap Porositas, Kekerasan Dan Mikrostruktur, *Journal Sains*, **2**(1): 1-7.
- Mahreni dan Endang, S., 2012, *Pembuatan Hidroksi Apatit Dari Kulit Telur*, Tesis, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Yogyakarta, Yogyakarta.
- Maming, Taba, P., Basir, D. N., 2014, *Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Untuk Produksi Kalsium Hidroksiapatit Dan Pemanfaatannya Sebagai Bahan Aditif Pasta Gigi*, Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Manafi, A. M., dan Jougehhdoust. S., 2009, Synthesis of Hydroxyapatite Nanostructure by Hydrothermal Condition for Biomedical Application. *Iran. J. Pharma. Since.*, **5**(2): 89 – 94.

- Mittal, A. K., Chisti, Y., dan Banerjee, U. C., 2013, Synthesis of Metallic Nanoparticles Using Plant Extract, *Biotechnol. Adv.*, **31**: 346-356.
- Muhara, I., Fadli, A., Akbar, F., 2015, Sintesis Hidroksiapatit Dari Kulit Kerang Darah Dengan Metode Hidrotermal Suhu Rendah, *Journal FTEKNIK*, **2**(1): 1-4.
- Mulyaningsih, N. N., 2007, *Karakterisasi Hidroksiapatit Sintetik dan Alami pada Suhu 1400 °C*, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Muntamah, 2011, *Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa, Sp)*, Tesis, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Narasaraju, T. S. B., dan Phebe, D. E., 1996, Some Physico-Chemical Aspects of Hydroxylapatite, *Journal of Material Science*, **31**(1): 1-21.
- Negara, I. N. W., dan Putra, T. G. S., 2010, Potensi Batu Kapur Nusa Penida Sebagai Agregat Pengerasan Jalan, *Jurnal Ilmiah Teknik Sipil*, **14**(1): 69 – 73.
- Ningsih, R. P., Wahyuni, N., dan Destiarti, L., 2014, Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) Dengan Variasi Waktu Pengadukan, *JKK*, **3**(1): 1-5.
- Nukman, A., 2005, *Analisis Manajemen dan Komunikasi Risiko Kesehatan Pertambangan Kapur*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Nurlaela, A., 2009, *Penumbuhan Kristal apatit dari Cangkang Telur Ayam dan Bebek pada Kitosan dengan Metode Presipitasi*, Tesis, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Oates, J.A. H., 1998, *Lime and Limestone, Chemistry and Technology, Production and Uses*, Wiley-Vch, New Jersey.
- Padmanabhan, S. K., Balakrishnan, A., Chu, M. C., Lee, Y. J., Kim, T. N., Cho, S. J., 2009, Sol-Gel Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Nanorods, *Journal Particuology*, **7**: 466-470
- Pal, S., Roy, S., Bag, S., 2005, Hydroxyapatite Coating Over Alumina-Ultra High Molecular Weight Polyethylene Composite Biomaterials, *Trends Biomater Artif Organs*, **18**(2): 106-109.
- Petit, R., 1999, The Use of Hydroxyapatite in Orthopaedic Surgery: A Ten-Year Review, *European Journal of Orthopaedic Surgery and Amp; Traumatology*, **9**(2): 71-74.

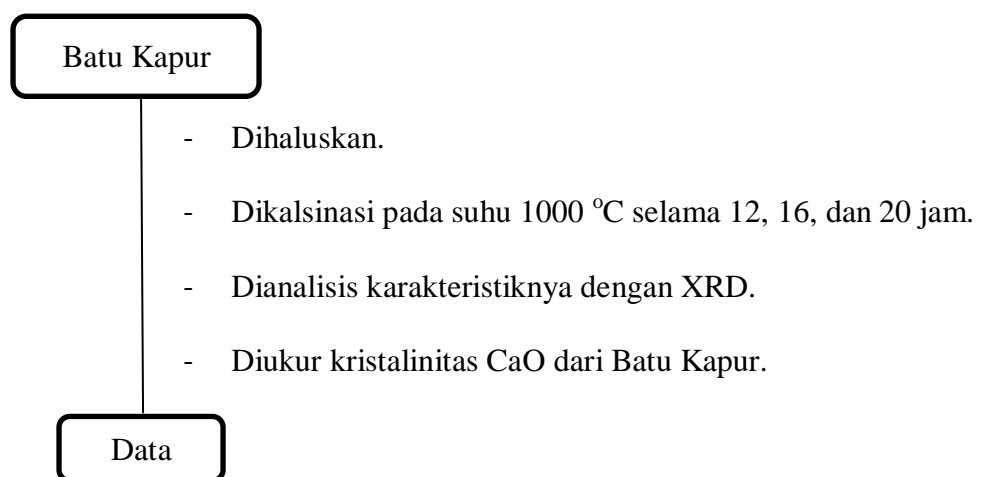
- Prasetyanti, F., 2008, *Pemanfaatan Cangkang Telur Ayam Untuk Sintesis Hidroksiapatit Dengan Reaksi Kering*, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Purnama, E. F., 2006, *Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (Synthetic Body Fluid)*, Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh November, Jakarta.
- Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral, 2009, *Bahan Galian Industri*, Industrial Minerals Inc., Jakarta.
- Qoina, I., dan Prasetyoko, D., 2010, *Penggunaan Cangkang Bekicot Sebagai Katalis Untuk Reaksi Transesterifikasi Refined Palm Oil*, Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh November, Jakarta.
- Raya, I., Mayasari, E., Yahya, A., Syahrul, M., Latunra, A. I., 2015, Synthesis and Characterizations of Calcium Hydroxyapatite Derived from Crabs Shells (*Portunus pelagicus*) and Its Potency in Safeguard Against to Dental Demineralizations, *International Journal of Biomaterials*, **2015**(2015): 1-8.
- Riyani, E., 2005 *Karakterisasi Senyawa Kalsium Fosfat Karbonat Hasil Presipitasi Menggunakan XRD, SEM, dan EDXA Pengaruh Perubahan Ion F dan Mg*, Skripsi, Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Rocha, J. H. G., Lemos, A. F., Kannan, S., Agathopoulos, S., Ferreira, J. M. F., Valerio, P., Oktar, F. N., 2005, Scaffolds for Bone Restoration from Cuttlefish Bone, **37**: 850 – 857.
- Rosmawati, E., 2014, *Sintesis $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ dari Limbah Cangkang Telur Ayam dan Potensinya pada Upaya Perlindungan Terhadap Demineralisasi Gigi*, Skripsi, Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Sasikumar, S., Vijayaraghavan, R., 2006, Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite From Egg Shells by Combustion Method, *Trens Biomater Artif Organs*, **19**(2): 70 – 73.
- Shahwan, T., Sirriah, S. A., Nairat, M., Boyaci, E., Eroglu, A. E., Scott, T. B., dan Haliem, K. R., 2011, Green Synthesis of Iron Nanoparticles and Their Application as a Fenton-like Catalyst for The Degradation of Aqueous Cationic and Anionic Dyes, *Chem. Eng. J.*, **172**: 258-266.
- Shubri, E., dan Armin, I., 2014, *Penentuan Kualitas Batu Kapur dari Desa Halaban Kabupaten Lima Puluh Kota di Laboratorium Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Provinsi Sumatera Barat*, Universitas Bung Hatta, Padang.

- Song, C., Weng, W., Cheng, K., Qu, H., Du, P., Shen, G., Han, G., 2003, Sol-Gel Preparation and Preliminary In Vitro Evaluation of Fluorapatite/Hydroxyapatite Solid Solution Films, *J Mater Sci Technol***19**(5): 495-498.
- Suryadi, 2011, *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*, Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok.
- Tazaki, J., Murata, M., Akazawa, T., Yamamoto, M., Ito, K., Arisue, M., Shibata, T., Tabata, Y., 2009, BMP-2 Release And Dose-Response Studies In Hydroxyapatite And β -Tricalcium Phosphate, *Bio-Med Mat & Eng*, **19**:141-146.
- Trianita, V. N., 2012, *Sintesis Hidroksiapatit Berpori Dengan Porogen Polivinil Alkohol Dan Pati*, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Vazquez, G. C., Barba, C., Pi'na, Mungu'ia, N., 2005, Stoichiometric Hydroxyapatite Obtained by Precipitation and Sol-Gel Processes, *Investigaci'on Revista Mexiana De F'isica*, **51**(3): 234 – 239.
- Veorhoef, 1995, *Geologi Untuk Teknik Sipil*, Erlangga, Jakarta.
- Vijayalakshmi, U., dan Rajeswari, S., 2006, Preparation and Characterization of Microcrystalline Hydroxyapatite Using Sol Gel Method, *Journal of Biomedical Materials Research*, **9**(2): 739-749.
- Yessy, W., dan Basril, A., 2011, Sintesis Dan Karakterisasi Pasta Injectable Bone Substitute Iradiasi Bebas Hidroksiapatit, *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop Dan Radiasi*, **39**: 30-35.
- Yuliati, D., 2008, *Sintesis dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit dari Kulit Telur dengan Metode Solution Combustion*, Skripsi, Institut Teknik Bandung, Bandung.
- Zuraidah, S., 2006, Penggunaan Pecahan Batu Kapur Puger Sebagai Alternatif Agregat Kasar Ditinjau Terhadap Kuat Tekan Beton, *Jurnal Rekayasa Perencanaan*, **3**(1): 1-4.

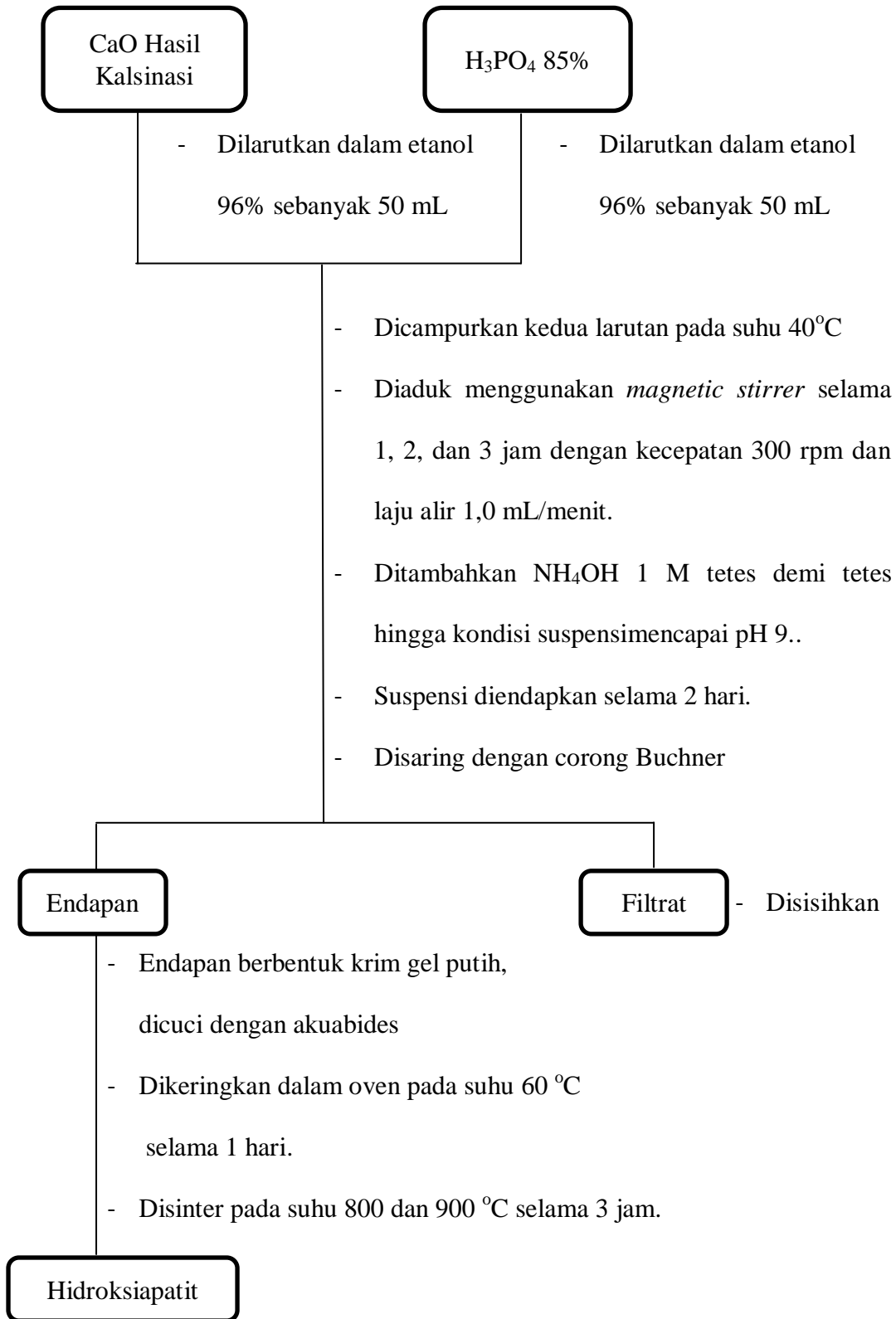
Lampiran 1. Bagan Kerja Analisis XRF dari Batu Kapur



Lampiran 2. Bagan Kerja Kalsinasi Batu Kapur

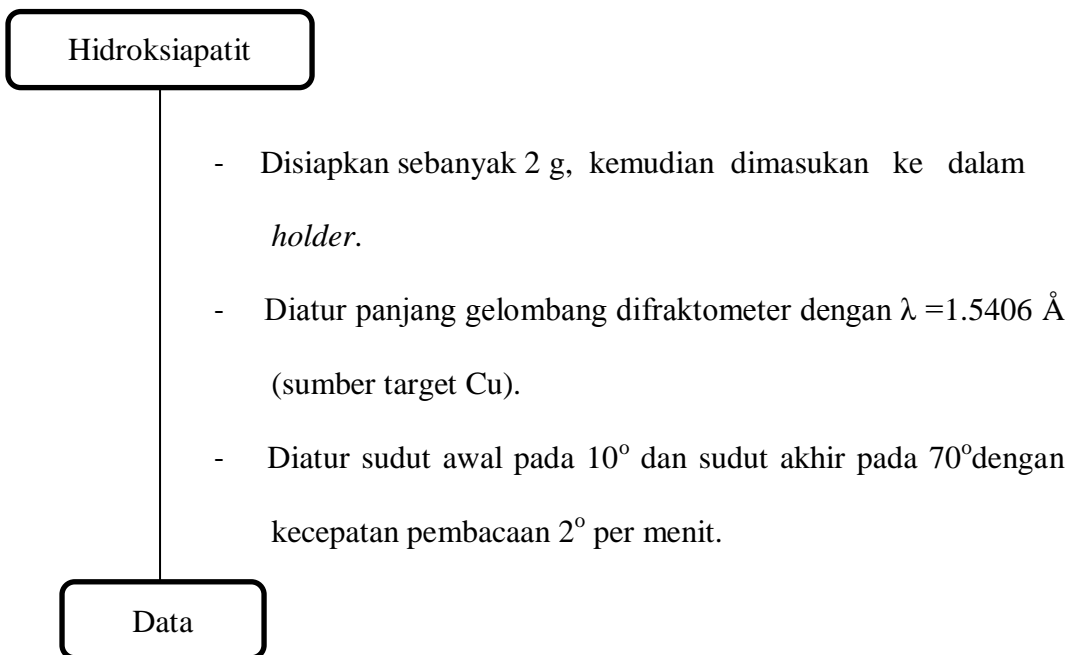


Lampiran 3. Bagan Kerja Sintesis Hidroksiapatit dengan Menggunakan Metode Sol-Gel

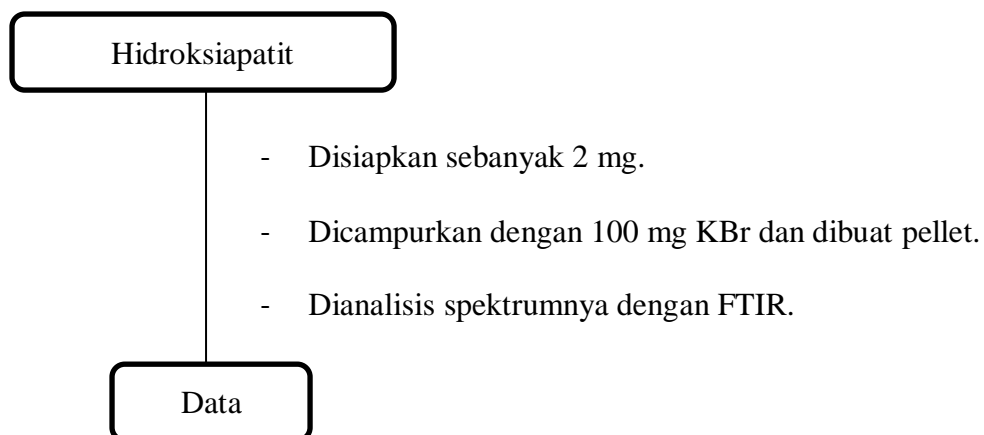




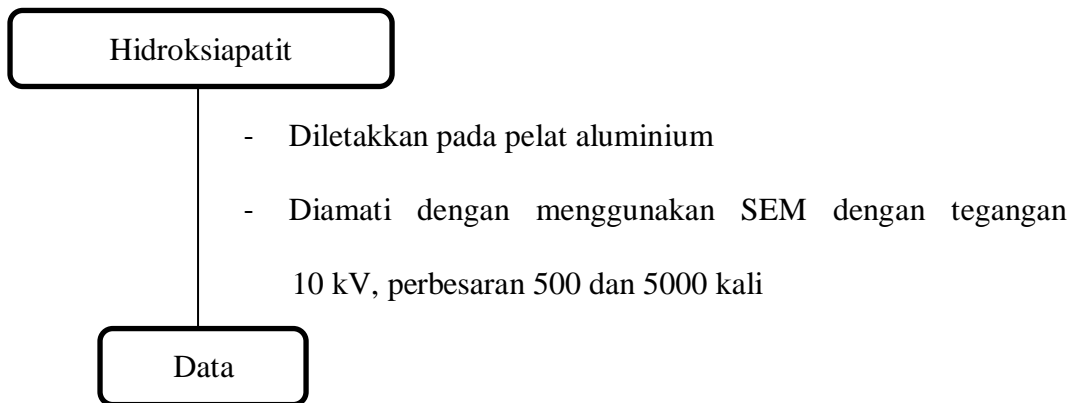
Lampiran 4. Karakterisasi HAp Hasil Sintesis Dengan XRD



Lampiran 5. Karakterisasi HAp Hasil Sintesis Dengan FTIR



Lampiran 6.Karakterisasi HAp Hasil Sintesis Dengan SEM



Lampiran 7. Perhitungan Penentuan Massa CaO dan Volume Prekursor Posfat untuk Sintesis HAp

$$\text{Ca/P} = 1,67$$

Misalkan: Ca = 1 mol dan P = 0,6 mol

Massa kalsium (Ca) dalam Kalsium Oksida (CaO).

$$m_{\text{Ca}} = n \times M_r$$

$$= 1 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 40 \text{ gram}$$

$$m_{\text{CaO}} = \frac{M_r \text{CaO}}{A_r \text{Ca}} \times m_{\text{Ca}}$$

$$= \frac{56 \text{ g/mol}}{40 \text{ g/mol}} \times 40 \text{ gram}$$

$$= 56 \text{ gram}$$

Massa posfor (P) dalam Asam Posfat (H₃PO₄)

$$m_p = n \times M_r$$

$$= 0,6 \text{ mol} \times 31 \text{ g/mol}$$

$$= 18,6 \text{ gram}$$

$$\text{H}_3\text{PO}_4 \text{ 85\% ; } \rho = 1,71 \text{ g/mL}$$

1 Liter H₃PO₄85%

$$m = \rho \times V$$

$$m = 1000 \text{ mL} \times 1,71 \text{ g/mL}$$

$$m = 1710 \text{ gram}$$

$$m_{\text{H}_3\text{PO}_4} = \frac{85}{100} \times 1710 \text{ gram}$$

$$= 1453,5 \text{ gram}$$

Sehingga:

$$m_p = \frac{31 \text{ g/mol}}{98 \text{ g/mol}} \times 1453 \text{ gram}$$

$$m_p = 459,78 \text{ gram}$$

maka, diperoleh :

$$\begin{aligned} V &= \frac{18,6 \text{ g/mol}}{459,78 \text{ g/mol}} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 40,45 \text{ mL} \end{aligned}$$

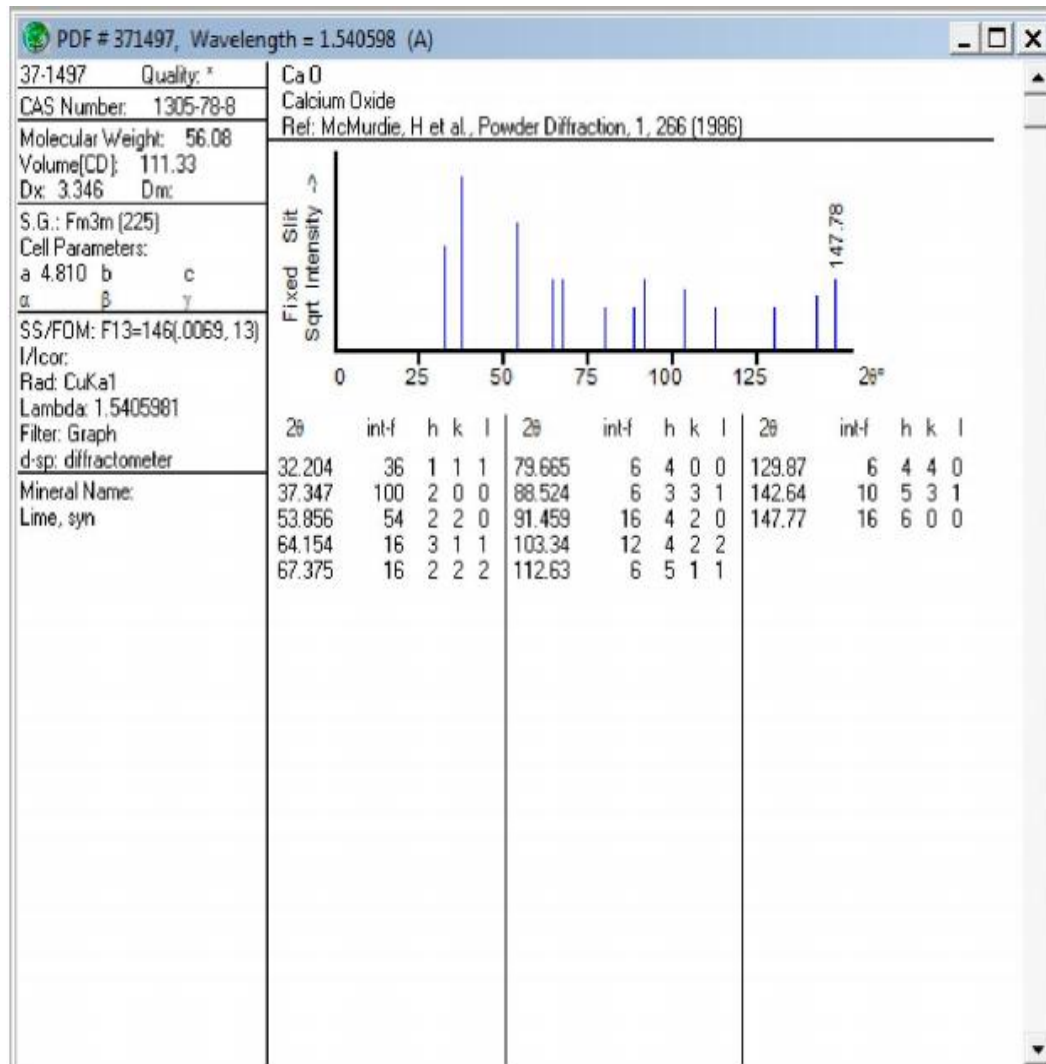
Oleh karena itu, diperoleh:

$$m_{\text{CaO}} = 56 \text{ gram} : 10 = 5,6 \text{ gram}$$

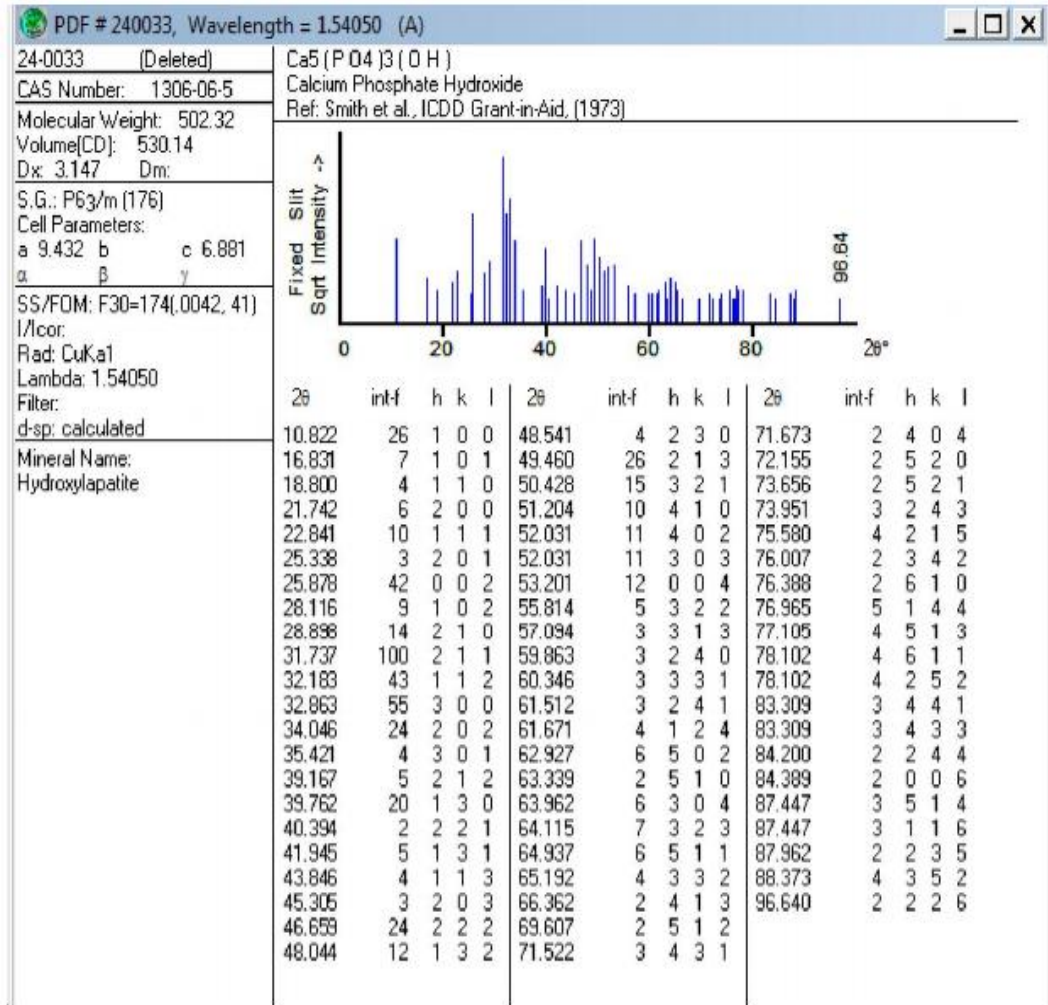
$$V_{\text{H}_3\text{PO}_4} = 40,45 \text{ mL} : 10 = 4,045 \text{ mL}$$

Jadi, digunakan massa CaO sebesar 5,6 gram dan volume H₃PO₄ 85% sebesar 4,045 mL

Lampiran 8. Data JCPDS 82-1691 untuk CaO



Lampiran 9. Data JCPDS 24-0033 untuk $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$

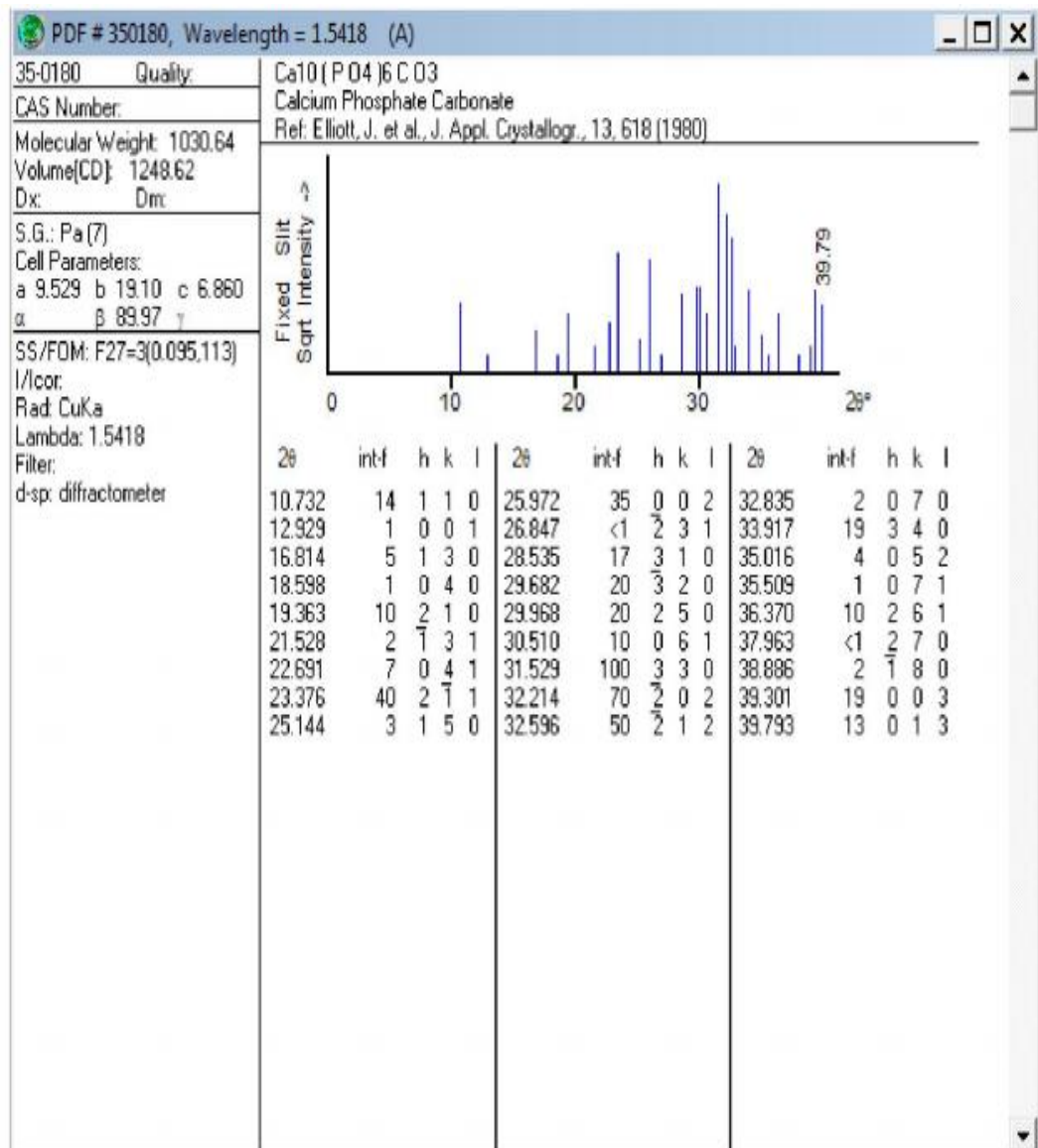


Lampiran 10. Data JCPDS 09-0169 untuk β -Ca₃(PO₄)₂

09-0169		Wavelength= 1.54056									
Ca ₃ (PO ₄) ₂		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Calcium Phosphate		8.15	12	0	1	2	2.103	4	1	2	14
		6.49	16	1	0	4	2.076	8	0	0	18
		6.22	6	0	0	6	2.068	4	3	2	1
Whitlockite, syn		5.21	20	1	1	0	2.061	6	2	3	2
Rad.: CuKα1; 1.54056 Filter: Mono d-sp: Guinier 114.6		4.80	2	1	1	3	2.033	10	0	4	8
Cut off: 50.0 Int.: Film Ucor.:		4.39	8	2	0	2	2.023	6	3	2	4
Ref: de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands, ICDD Grant-in-Aid, (1957)		4.15	4	0	1	8	2.017	4	3	1	11
		4.060	16	0	2	4	2.000	8	2	2	12
		4.000	4	1	1	6	1.970	2	4	1	0
		3.450	25	1	0	10	1.946	4	4	1	3
Sys.: Rhombohedral S.G.: R3c (167)		3.400	4	2	1	1	1.933	20	4	0	10
a: 10.429 b: c: 37.38 A: C: 3.5842		3.360	10	1	2	2	1.895	16	2	3	8
α: β: γ: Z: 21 mp:		3.250	8	1	1	9	1.879	14	4	1	6
Ref: Ibid.		3.210	55	2	1	4	1.830	12	0	1	20
		3.110	2	1	2	5	1.812	6	3	2	10
		3.010	16	3	0	0	1.798	6	5	0	2
		2.880	100	0	2	10	1.781	6	4	1	9
		2.757	20	1	2	8	1.774	8	0	5	4
Dx: 3.072 Dm: 3.120 SS/FOM: F ₃₀ = 54(0.0147, 38)		2.710	10	3	0	6	1.738	4	3	3	0
		2.674	8	1	1	12	1.728	25	2	0	20
		2.607	65	2	2	0	1.711	8	3	0	18
ω: 1.626 η _ω : 1.629 ε _ω : Sign.: 2V:		2.562	6	0	1	14	1.685	8	6	0	8
Ref: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 684 (1951)		2.553	8	2	2	3	1.665	4	4	1	12
		2.520	12	2	1	10	1.637	6	2	3	14
		2.499	6	1	3	1	1.625	6	2	2	18
Color: Colorless, white, gray, yellow		2.407	10	1	2	11	1.603	6	4	2	8
Sample obtained by heating a commercial sample. Nearly isostructural with cerite. PSC: hR91. Validated by calculated pattern 42-577. See ICSD 6191 (PDF 70-2065). Optical data reference: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 684 (1951). Structural reference: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 684 (1951). Mwt: 310.18. Volume[CD]: 3520.91.		2.375	6	3	1	5	1.600	4	5	1	4
		2.263	10	1	0	16	1.552	12	5	1	7
		2.249	4	1	1	15	1.532	4	1	5	8
		2.241	2	0	4	2	1.520	4	2	1	22
		2.195	14	4	0	4	1.505	4	6	0	0
		2.165	12	3	0	12	1.485	6	1	5	11

d(A)	Int	h	k	l
1.440	4	0	4	20
1.429	4	0	5	16
1.414	4	3	4	8
1.409	6	5	2	6
1.387	4	1	5	14

Lampiran 11. Data JCPDS 35-0180 untuk $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$



Lampiran 12. Data AM 250-253 untuk $\text{Ca}_{18}\text{Mg}_2\text{H}_2(\text{PO}_4)_{14}$

whitlockite
 Diffraction data computed using the structure from the paper listed below,
 along with the cell parameters refined from single crystal data of R070675
 Calvo C, Gopal R
 American Mineralogist 60 (1975) 120-133
 The crystal structure of whitlockite from the Palermo quarry

 CELL PARAMETERS: 10.3470 10.3470 37.0890 90.000 90.000 120.000
 SPACE GROUP: R3C
 X-RAY WAVELENGTH: 1.541838
 BOUNDS ON TWO THETA: 5.0 90.0
 LIMITS IMPOSED ON THE INDICES ARE: +/- 8 +/- 8 +/- 34
 MAX. ABS. INTENSITY / VOLUME**2: 10.30346263
 The INTENSITY cut off value is 1.00

2-THETA	INTENSITY	D-SPACING	H	K	L
10.97	6.87	8.06882	0	1	2
13.74	29.70	6.44335	0	0	4
14.33	1.48	6.1815	1	0	6
17.14	42.84	5.17335	1	1	0
18.59	1.20	4.77225	1	1	3
21.58	2.388	4.11777	0	1	8
22.03	14.066	4.03441	0	1	4
26.00	36.03	3.42770	1	2	10
26.43	10.32	3.3728	2	1	1
26.76	6.98	3.3317	1	2	2
27.67	3.19	3.2234	1	1	9
28.05	63.96	3.1813	2	1	4
28.98	1.95	3.0809	1	2	5
29.91	10.52	2.9869	3	0	10
31.31	100.00	2.8570	0	2	10
32.75	30.73	2.7348	1	2	8
33.32	3.03	2.6894	0	3	6
33.32	3.66	2.6894	3	0	6
33.78	7.09	2.6533	1	1	12
34.68	85.23	2.5868	2	2	0
35.33	2.37	2.5405	0	1	14
35.45	2.98	2.5319	2	2	3
35.91	9.26	2.5010	2	1	10
36.23	5.23	2.4797	1	3	1
37.46	1.71	2.4005	1	3	4
37.64	1.24	2.3895	1	2	11
37.70	6.35	2.3862	2	2	6
39.52	2.20	2.2804	2	0	14
40.18	7.23	2.2442	1	0	16
40.43	2.78	2.2309	1	1	15
40.56	1.47	2.2240	0	4	2
41.20	1.30	2.1909	2	4	9
41.47	6.39	2.1775	4	0	4
42.07	9.20	2.1478	0	0	12
42.07	9.20	2.1478	3	0	12
43.36	3.66	2.0867	1	3	14
43.85	2.48	2.0646	1	3	10
43.94	1.24	2.0609	0	0	18
43.98	1.03	2.0588	0	0	16
44.12	2.59	2.0526	3	1	1
44.33	5.85	2.0432	2	3	2
44.94	12.48	2.0171	0	4	8
45.18	5.11	2.0070	3	4	4
45.74	6.99	1.9837	2	3	12
45.80	1.16	1.9811	2	3	5
46.44	1.32	1.9554	4	1	0
47.05	1.31	1.9314	1	4	3
47.41	26.91	1.9176	4	0	10
47.50	1.81	1.9143	1	1	18
48.44	15.76	1.8793	2	3	8
48.85	7.22	1.8643	1	4	6
48.85	6.38	1.8643	4	1	6
50.24	3.55	1.8160	0	1	20
50.78	10.38	1.7980	3	2	10
51.21	4.37	1.7838	5	0	2
51.75	2.49	1.7666	4	1	9
51.97	12.25	1.7596	0	5	4
52.11	1.01	1.7552	2	3	11
53.11	2.15	1.7245	3	3	0
53.48	40.64	1.7135	2	0	20
54.07	1.45	1.6961	0	3	18
54.07	5.23	1.6961	3	0	18
54.10	2.05	1.6951	1	3	16
54.93	4.71	1.6716	5	0	8
55.13	4.56	1.6659	2	4	4
55.62	2.66	1.6525	4	1	12
56.68	3.29	1.6241	2	3	14
57.08	1.91	1.6136	0	5	10
57.18	3.55	1.6109	4	0	16
57.97	2.12	1.5908	3	3	9
57.98	1.05	1.5906	4	2	8
58.18	2.53	1.5857	5	1	4
60.06	12.74	1.5405	2	4	10
60.16	9.63	1.5380	3	2	16
60.94	3.64	1.5204	1	5	8
61.43	2.33	1.5092	2	1	22
61.58	1.45	1.5059	3	3	12
62.15	4.28	1.4935	6	0	0
63.99	4.83	1.4549	4	3	4
65.00	1.15	1.4349	5	2	0
65.32	4.82	1.4285	0	4	20
65.85	1.63	1.4184	1	4	18

66.61	5.07	1.4040	3	4	8
66.95	2.94	1.3977	2	5	6
66.95	5.49	1.3977	5	2	6
68.09	2.12	1.3770	2	3	20
68.34	1.14	1.3726	0	3	24
68.54	1.13	1.3691	4	3	10
68.74	1.30	1.3656	1	6	1
71.80	1.25	1.3146	1	2	26
72.08	1.42	1.3104	1	0	28
72.51	1.19	1.3036	3	2	22
72.65	1.18	1.3015	2	5	12
72.65	1.18	1.3015	5	2	12
73.18	3.72	1.2934	4	4	0
73.57	1.05	1.2875	3	4	14
74.11	1.83	1.2793	3	5	1
74.27	2.12	1.2771	5	3	2
76.12	6.52	1.2505	4	2	20
76.64	1.09	1.2433	4	3	16
76.75	1.41	1.2418	5	1	19
76.89	1.44	1.2399	2	6	2
77.15	1.97	1.2363	0	0	30
77.33	1.52	1.2339	5	3	8
77.50	3.19	1.2316	6	2	4
78.96	1.50	1.2124	4	1	24
80.50	1.17	1.1931	4	4	12
81.01	2.23	1.1869	7	1	0
81.73	1.55	1.1783	6	2	10
81.80	1.94	1.1775	2	5	18
81.82	1.51	1.1772	1	6	16
82.26	3.14	1.1720	2	3	26
84.89	1.56	1.1423	3	0	30
85.05	1.14	1.1405	7	1	9
86.94	3.86	1.1206	7	0	16
87.38	2.12	1.1161	5	0	26
87.44	6.18	1.1154	2	2	30
87.63	2.08	1.1135	3	2	28
88.18	1.16	1.1080	1	7	12
88.18	1.38	1.1080	7	1	12

=====
XPOW Copyright 1993 Bob Downs, Ranjini Swaminathan and Kurt Bartelme
For reference, see Downs et al. (1993) American Mineralogist 78, 1104-110

Lampiran 13. Perhitungan Persentase Kristalinitas CaO dari Hasil Kalsinasi Batu Kapur Selama 12 Jam dengan Suhu 1000 °C

2θ	Intensitas	FWHM	d(Å)	I/I₁	Keterangan
37,8443	531,60	0,31010	2,37539	100	Kristal
54,2918	271,22	0,41640	1,68830	72	-
32,6881	230,11	0,28960	2,73734	34	Amorf

Keterangan:

$$\begin{aligned} \text{Luas Kurva Kristal} &= \text{FWHM} \times \text{Intensitas} \\ &= 0,31010 \times 531,60 \\ &= 164,84916 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Kurva Amorf} &= \text{FWHM} \times \text{Intensitas} \\ &= 0,28960 \times 230,11 \\ &= 66,63696 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{\text{Luas Kurva Kristal}}{\text{Luas Kurva Kristal} + \text{Luas Kurva Amorf}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{164,84916}{164,84916 + 66,63696} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{164,84916}{231,48612} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = 0,71214 \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = 71,214\%$$

Lampiran 14. Perhitungan Persentase Kristalinitas CaO dari Hasil Kalsinasi Batu Kapur Selama 16 Jam dengan Suhu 1000 °C

2θ	Intensitas	FWHM	d(Å)	I/I₁	Keterangan
54,1193	390,52	0,34270	1,69327	100	-
37,6200	738,41	0,41860	2,38904	75	Kristal
32,4600	262,14	0,43340	2,75605	23	Amorf

Keterangan:

$$\begin{aligned} \text{Luas Kurva Kristal} &= \text{FWHM} \times \text{Intensitas} \\ &= 0,41860 \times 738,41 \\ &= 309,09424 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Kurva Amorf} &= \text{FWHM} \times \text{Intensitas} \\ &= 0,43340 \times 262,14 \\ &= 113,59414 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{\text{Luas Kurva Kristal}}{\text{Luas Kurva Kristal} + \text{Luas Kurva Amorf}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{309,09424}{309,09424 + 113,59414} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{309,09424}{422,68838} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = 0,73127 \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = 73,127\%$$

Lampiran 15. Perhitungan Persentase Kristalinitas CaO dari Hasil Kalsinasi Batu Kapur Selama 20 Jam dengan Suhu 1000 °C

2θ	Intensitas	FWHM	d(Å)	I/I1	Keterangan
37,7315	906,45	0,39790	2,38223	100	Kristal
54,2246	846,72	0,38430	1,69023	88	-
32,5848	315,30	0,39620	2,74578	33	Amorf

Keterangan:

$$\begin{aligned} \text{Luas Kurva Kristal} &= \text{FWHM} \times \text{Intensitas} \\ &= 0,39790 \times 906,45 \\ &= 360,65656 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Kurva Amorf} &= \text{FWHM} \times \text{Intensitas} \\ &= 0,39620 \times 315,30 \\ &= 124,92186 \end{aligned}$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{\text{Luas Kurva Kristal}}{\text{Luas Kurva Kristal} + \text{Luas Kurva Amorf}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{360,65656}{360,6565 + 124,92186} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{360,65656}{485,57842} \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = 0,74278 \times 100\%$$

$$\% \text{ Kristalinitas} = 74,278\%$$

Lampiran 16. Perhitungan Probabilitas Fase Sampel Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Peak No	2θ (deg)	d (Å)	Ca ₁₈ Mg ₂ H ₂ (PO ₄) ₁₄ (Magnesium Whitlockite) (MgW)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂ Hidroksiapatit (HAp)		β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ β-Trikalsium Posfat (β-TCP)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ CO ₃ Karbonat Apatit (AKA)		Fase
			2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	
1	11,1864	7,90337	10,92	97,61853	10,87	97,17156	-	-	10,80	96,54580	MgW
2	13,9387	6,34836	13,67	98,07227	-	-	-	-	-	-	MgW
3	15,6405	5,66123	14,23	90,98174	-	-	14,73	94,17857	-	-	β-TCP
4	17,2991	5,12200	17,08	98,73346	16,91	97,75075	-	-	-	-	MgW
5	20,5216	4,32439	20,28	98,82270	-	-	20,18	98,33541	-	-	MgW
6	22,1625	4,00779	21,71	97,95826	21,87	98,68020	-	-	-	-	HAp
7	23,5513	3,77450	-	-	22,95	97,44685	-	-	22,80	96,80994	HAp
8	25,3716	3,50767	-	-	-	-	-	-	25,27	99,59955	AKA
9	26,1127	3,40978	26,28	99,36339	25,85	98,99397	-	-	25,93	99,30034	MgW
10	26,8800	3,31416	26,64	99,10714	-	-	26,64	99,10714	-	-	MgW
11	27,7000	3,21788	27,61	99,67509	-	-	27,67	99,89169	-	-	β-TCP
12	28,1583	3,16654	27,91	99,11819	28,11	99,82846	-	-	-	-	HAp
13	29,0400	3,07238	28,83	99,27685	28,98	99,79338	28,76	99,03581	28,91	99,55234	HAp
14	29,4200	3,03355	-	-	-	-	29,64	99,25775	-	-	β-TCP
15	29,9575	2,98034	29,79	99,44087	-	-	29,93	99,90820	-	-	β-TCP
16	31,3338	2,85250	31,12	99,31766	-	-	30,80	98,29640	31,60	99,15759	MgW
17	32,1000	2,78614	-	-	31,82	99,12772	31,96	99,56386	32,11	99,96885	AKA
18	32,7600	2,73150	32,59	99,48107	32,25	98,44322	32,62	99,57264	32,69	99,78632	AKA
19	33,3000	2,68843	33,20	99,69969	32,98	99,03903	33,42	99,64093	-	-	MgW
20	33,8010	2,64971	33,60	99,40534	34,07	99,21044	-	-	34,00	99,41470	β-TCP
21	34,6820	2,58440	34,52	99,53289	-	-	34,87	99,46085	-	-	MgW
22	35,4000	2,53361	35,29	99,68926	35,48	99,77452	35,31	99,74576	-	-	HAp
23	35,9900	2,49341	35,69	99,16643	-	-	-	-	-	-	MgW
24	37,3200	2,40755	37,47	99,75996	-	-	37,49	99,54654	-	-	MgW
25	37,6887	2,38484	37,93	99,36382	-	-	-	-	-	-	MgW

26	38,1400	2,35765	-	-	-	-	38,58	98,85951	-	-	β-TCP
27	39,5141	2,27877	39,45	99,83777	39,24	99,30632	39,75	99,40654	39,60	99,78308	MgW
28	40,1666	2,24325	40,17	99,99153	39,89	99,31136	40,25	99,79279	-	-	MgW
29	41,3685	2,18081	41,24	99,68937	-	-	-	-	-	-	MgW
30	42,0391	2,14756	41,85	99,55018	42,07	99,92655	-	-	-	-	HAp
31	42,4600	2,12724	-	-	-	-	42,58	99,71817	-	-	β-TCP
32	43,3600	2,08515	43,07	99,33148	-	-	43,31	99,88468	-	-	β-TCP
33	43,8433	2,06328	43,94	99,77992	43,89	99,89359	-	-	-	-	HAp
34	44,3000	2,04306	44,14	99,63882	-	-	44,46	99,64012	-	-	β-TCP
35	44,9025	2,01703	44,90	99,99443	-	-	44,84	99,86080	-	-	MgW
36	45,6225	1,98686	45,51	99,75341	45,35	99,40270	45,42	99,55614	-	-	MgW
37	46,3925	1,95566	46,17	99,52039	-	-	46,36	99,92994	-	-	β-TCP
38	47,2667	1,92151	47,19	99,83772	46,80	99,01262	46,87	99,16071	-	-	MgW
39	47,8200	1,90056	48,04	99,54204	-	-	-	-	-	-	MgW
40	48,3200	1,88206	48,21	99,77235	48,18	99,54545	48,47	99,69053	-	-	MgW
41	48,7000	1,86826	48,56	99,71252	48,69	99,97946	48,62	99,83572	-	-	HAp
42	49,8000	1,82954	49,89	99,81960	49,49	99,37751	49,71	99,81927	-	-	MgW
43	50,1200	1,81860	50,04	99,84038	-	-	-	-	-	-	MgW
44	50,6400	1,80114	50,45	99,62480	50,58	99,88151	-	-	-	-	HAp
45	51,0200	1,78861	50,95	99,86279	51,38	99,29935	-	-	-	-	MgW
46	51,7238	1,76592	51,72	99,99265	52,18	99,12579	51,67	99,89598	-	-	MgW
47	53,2945	1,76592	53,11	99,65381	53,20	99,82268	53,42	99,76506	-	-	HAp
48	53,9000	1,69964	53,85	99,90723	-	-	-	-	-	-	MgW
49	54,7586	1,67501	54,79	99,94269	-	-	54,51	99,54600	-	-	MgW
50	55,3800	1,65767	55,24	99,74720	-	-	55,31	99,87360	-	-	β-TCP
51	56,4180	1,62961	56,34	99,86174	55,96	99,18820	56,35	99,87947	-	-	β-TCP
52	56,9171	1,61650	56,74	99,68884	57,09	99,69714	56,69	99,60099	-	-	HAp
53	57,7860	1,59425	57,80	99,97577	-	-	-	-	-	-	MgW
54	59,8383	1,54438	59,70	99,76887	59,96	99,79703	-	-	-	-	HAp
55	60,6020	1,52673	60,54	99,89769	60,55	99,91419	60,18	99,30365	-	-	HAp
56	61,1166	1,51510	60,99	99,79285	-	-	-	-	-	-	MgW
57	61,8728	1,49839	61,76	99,81769	-	-	62,15	99,55398	-	-	MgW

58	63,6975	1,45979	63,57	99,79983	63,09	99,04627	-	-	-	-	MgW
59	64,9100	1,43542	-	-	65,13	99,66221	-	-	-	-	HAp
60	65,5530	1,42289	-	-	-	-	65,93	99,42818	-	-	β -TCP
61	66,5273	1,40439	-	-	66,51	99,97399	-	-	-	-	HAp
62	67,7560	1,38189	-	-	-	-	67,45	99,54837	-	-	β -TCP

Keterangan:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Jumlah fase berdasarkan nomor peak dengan persentasw tertinggi}}{\text{Jumlah peak keseluruhan}} \times 100\%$$

$$\text{MgW} = \frac{30}{62} \times 100\% = 48,38709\%$$

$$\text{HAp} = \frac{15}{62} \times 100\% = 24,19354\%$$

$$\beta\text{-TCP} = \frac{14}{62} \times 100\% = 22,58064\%$$

$$\text{AKA} = \frac{3}{62} \times 100\% = 4,83870\%$$

Lampiran 17. Perhitungan Probabilitas Fase Sampel Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Peak No	2θ (deg)	d (Å)	Ca ₁₈ Mg ₂ H ₂ (PO ₄) ₁₄ (Magnesium Whitlockite) (MgW)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂ Hidroksiapatit (HAp)		β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ β-Trikalsium Posfat (β-TCP)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ CO ₃ Karbonat Apatit (AKA)		Fase
			2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	
1	11,5700	7,64218	11,01	95,15989	10,87	93,94987	-	-	10,80	93,34485	MgW
2	14,2923	6,19209	14,37	99,45929	-	-	14,73	97,03530	-	-	MgW
3	16,0133	5,53027	-	-	-	-	15,16	94,67130	-	-	β-TCP
4	17,6714	5,01492	17,16	97,10605	16,91	95,69134	18,80	93,99680	-	-	MgW
5	20,3300	4,36471	20,42	99,55925	-	-	20,18	99,26217	-	-	MgW
6	20,8600	4,25500	-	-	-	-	-	-	21,64	96,39556	AKA
7	22,2000	4,00110	22,12	99,63963	21,78	98,10810	-	-	-	-	MgW
8	22,4875	3,95059	-	-	22,87	98,32750	-	-	-	-	HAp
9	23,8625	3,72597	-	-	-	-	23,89	99,88488	-	-	β-TCP
10	25,7240	3,46041	26,05	98,74856	25,93	99,20555	-	-	25,27	98,23511	HAp
11	26,4543	3,36652	26,77	98,82069	-	-	26,65	99,26566	-	-	β-TCP
12	27,1650	3,28003	-	-	-	-	27,67	98,17491	-	-	β-TCP
13	28,5082	3,12847	28,06	98,2782	28,18	98,84875	28,86	98,78101	28,11	98,60320	HAp
14	29,6400	3,01153	29,92	99,0641	-	-	29,64	100,0000	-	-	β-TCP
15	30,3087	2,94660	-	-	-	-	30,15	99,47638	-	-	β-TCP
16	31,6694	2,82303	31,32	98,89672	31,82	99,52671	31,96	99,09073	31,60	99,78086	AKA
17	32,4200	2,75936	32,76	98,96214	32,25	99,47563	32,11	99,04380	32,11	99,04380	HAp
18	33,0330	2,70954	33,33	99,19819	32,98	99,83955	32,62	98,74973	32,76	99,17355	HAp
19	33,6600	2,66049	33,80	99,40828	-	-	33,42	99,28698	-	-	MgW
20	34,1800	2,62120	34,73	98,41635	34,07	99,67817	-	-	34,00	99,47337	HAp
21	35,0171	2,56043	35,35	99,05827	-	-	34,87	99,57991	-	-	β-TCP
22	35,7600	2,50892	35,98	99,38854	35,55	99,41275	35,31	98,74161	-	-	HAp
23	36,3000	2,47283	36,28	99,94490	-	-	-	-	-	-	MgW
24	37,5000	2,39641	-	-	-	-	37,49	99,97333	-	-	β-TCP
25	38,0460	2,36326	38,24	99,49267	-	-	38,29	99,34708	-	-	MgW

26	38,5000	2,33643	-	-	-	-	38,58	99,79263	-	-	β-TCP
27	39,8206	2,26194	-	-	39,89	99,82602	39,74	99,79759	39,60	99,44601	HAp
28	40,5516	2,22494	40,20	99,13295	-	-	40,69	99,65986	-	-	β-TCP
29	41,7316	2,16267	41,39	99,18143	42,07	99,19562	42,10	99,12494	-	-	HAp
30	42,3450	2,13275	42,11	99,14503	42,36	99,96458	42,58	99,44809	-	-	HAp
31	42,8000	2,11112	-	-	-	-	42,95	99,65075	-	-	β-TCP
32	43,6800	2,07061	-	-	-	-	43,45	99,47344	-	-	β-TCP
33	44,1100	2,05142	-	-	43,89	99,50124	-	-	-	-	HAp
34	44,5400	2,03261	44,39	99,66322	44,40	99,68567	44,33	99,52851	-	-	HAp
35	45,2533	2,00221	-	-	45,35	99,78676	45,42	99,63298	-	-	HAp
36	45,9458	1,97363	45,78	99,63914	-	-	45,56	99,16031	-	-	MgW
37	47,6031	1,90871	47,43	99,63636	-	-	-	-	-	-	MgW
38	48,1600	1,88794	48,47	99,36042	48,11	99,89617	-	-	-	-	HAp
39	48,6600	1,86970	48,88	99,54991	48,69	99,93838	48,47	99,60953	-	-	HAp
40	49,1800	1,85114	49,13	99,89833	49,56	99,23325	49,71	98,93381	-	-	MgW
41	50,0800	1,81996	50,27	99,98003	-	-	-	-	-	-	MgW
42	50,4000	1,80915	50,79	99,23213	50,58	99,64412	-	-	-	-	HAp
43	51,0900	1,78633	51,20	99,78515	-	-	50,95	99,72597	-	-	MgW
44	51,4000	1,77628	51,77	99,28530	51,31	99,82490	51,67	99,47745	-	-	HAp
45	52,0591	1,75533	51,98	99,84805	52,11	99,90232	-	-	-	-	HAp
46	53,6332	1,70747	53,48	99,71435	53,27	99,32280	53,42	99,60248	-	-	MgW
47	54,1600	1,69210	54,08	99,85228	-	-	54,51	99,35791	-	-	MgW
48	55,0800	1,66599	54,93	99,72766	-	-	55,31	99,58416	-	-	MgW
49	55,7550	1,64741	-	-	55,96	99,63366	56,33	98,97922	-	-	HAp
50	56,7266	1,62148	-	-	-	-	56,69	99,93458	-	-	β-TCP
51	57,2400	1,60815	-	-	57,20	99,93011	57,35	99,80819	-	-	HAp
52	58,1408	1,58536	58,00	99,759201	58,15	99,98417	58,36	99,62440	-	-	HAp
53	58,6505	1,57279	-	-	58,80	99,74574	58,58	99,87979	-	-	β-TCP
54	59,7400	1,54668	-	-	-	-	59,89	99,74954	-	-	β-TCP
55	60,1785	1,53646	60,17	99,98587	60,04	99,76985	60,18	99,99750	-	-	β-TCP
56	60,5200	1,52860	-	-	60,47	99,91738	-	-	-	-	HAp
57	60,9000	1,51997	-	-	-	-	60,84	99,90147	-	-	β-TCP

58	61,2000	1,51324	61,43	99,62559	-	-	-	-	-	-	MgW
59	61,5050	1,50646	-	-	61,64	99,78098	-	-	-	-	HAp
60	62,1930	1,49144	-	-	-	-	62,15	99,93086	-	-	β-TCP
61	64,0083	1,45345	-	-	64,04	99,95049	-	-	-	-	HAp
62	65,2950	1,42789	-	-	65,05	99,62471	-	-	-	-	HAp
63	65,8966	1,41630	-	-	-	-	65,93	99,94934	-	-	β-TCP
64	66,7200	1,40081	-	-	66,51	99,68525	-	-	-	-	HAp
65	66,9412	1,39671	-	-	-	-	67,45	99,24566	-	-	β-TCP

Keterangan:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Jumlah fase berdasarkan nomor peak dengan persentasw tertinggi}}{\text{Jumlah peak keseluruhan}} \times 100\%$$

$$\text{MgW} = \frac{17}{65} \times 100\% = 26,15384\%$$

$$\text{HAp} = \frac{26}{65} \times 100\% = 40,00000\%$$

$$\beta\text{-TCP} = \frac{20}{65} \times 100\% = 30,76923\%$$

$$\text{AKA} = \frac{2}{65} \times 100\% = 3,07692\%$$

Lampiran 18. Perhitungan Probabilitas Fase Sampel Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Peak No	2θ (deg)	d (Å)	Ca ₁₈ Mg ₂ H ₂ (PO ₄) ₁₄ (Magnesium Whitlockite) (MgW)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂ Hidroksiapatit (HAp)		β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ β-Trikalsium Posfat (β-TCP)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ CO ₃ Karbonat Apatit (AKA)		Fase
			2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	
1	11,0700	7,98621	10,95	98,91598	10,82	97,74164	-	-	10,77	97,28997	MgW
2	13,8350	6,39571	13,71	99,09649	-	-	-	-	-	-	MgW
3	15,5300	5,70127	14,29	90,72762	-	-	14,66	94,39793	-	-	β-TCP
4	17,1510	5,16590	-	-	16,86	98,30330	-	-	16,79	97,89516	HAp
5	18,4850	4,79599	18,51	99,86493	18,83	08,16781	18,76	98,53411	18,71	98,79743	MgW
6	19,7400	4,49382	-	-	21,87	90,46746	-	-	-	-	HAp
7	20,4000	4,34989	20,33	99,65686	-	-	-	-	20,16	98,82352	MgW
8	22,0000	4,03702	21,50	97,72727	21,78	99,00000	-	-	21,63	98,31818	HAp
9	23,3690	3,80353	-	-	22,88	97,90748	-	-	22,76	97,39398	HAp
10	25,3600	3,50925	-	-	25,38	99,92119	-	-	25,24	99,52681	HAp
11	26,0187	3,42188	25,85	99,35162	25,90	99,54378	25,36	97,46835	25,86	99,39005	HAp
12	26,8400	3,31901	26,65	99,29210	-	-	26,90	99,77695	-	-	β-TCP
13	28,1000	3,17298	27,89	98,93238	28,11	99,96442	27,67	98,46975	28,08	99,92882	HAp
14	28,9200	3,08485	-	-	28,94	99,93089	28,89	99,89626	-	-	HAp
15	29,6800	3,00757	29,78	99,66420	-	-	29,57	99,62938	-	-	MgW
16	31,2600	2,85906	31,16	99,68010	-	-	-	-	31,60	98,92405	MgW
17	32,0000	2,79461	32,55	98,31029	31,85	99,53125	31,52	98,50000	32,16	99,50248	HAp
18	32,9600	2,71538	33,13	99,48686	32,92	99,87864	-	-	32,70	99,21116	HAp
19	34,4453	2,60161	34,51	99,81251	34,09	98,96850	33,42	97,02339	33,96	98,59109	MgW
20	35,7325	2,51079	35,24	98,62170	35,48	99,29336	35,28	98,73364	35,26	98,67767	HAp
21	37,6833	2,38517	37,49	99,48704	-	-	37,44	99,35435	-	-	MgW
22	39,9000	2,25762	39,98	99,79989	39,83	99,82456	39,71	99,52380	39,55	99,12280	HAp
23	41,2400	2,18731	41,27	99,92730	-	-	40,97	99,34529	-	-	MgW
24	42,0483	2,14771	41,85	99,52839	42,04	99,98026	42,06	99,97218	-	-	HAp
25	43,9600	2,05807	43,60	99,18107	43,91	99,88626	-	-	-	-	HAp

26	44,6000	2,03001	44,69	99,79861	-	-	44,41	99,57399	-	-	MgW
27	45,4200	1,99525	45,49	99,84612	45,41	99,97798	45,52	99,78031	-	-	HAp
28	46,8828	1,93635	47,16	99,41221	46,74	99,69541	46,54	99,26881	-	-	HAp
29	48,2357	1,88515	48,55	99,35262	48,12	99,76013	48,42	99,61937	-	-	HAp
30	49,6080	1,83617	49,93	99,33907	49,53	99,84276	49,70	99,81488	-	-	HAp
31	50,6250	1,80164	50,51	99,77283	50,52	99,79259	-	-	-	-	HAp
32	51,3800	1,77692	51,45	99,86394	51,32	99,88322	51,52	99,72826	-	-	HAp
33	52,1800	1,75155	-	-	52,18	100,0000	-	-	-	-	HAp
34	53,2654	1,71839	53,13	99,74580	53,26	99,98986	53,40	99,74794	-	-	HAp
35	56,1233	1,63747	56,33	99,63305	55,98	99,74466	56,28	99,72157	-	-	HAp
36	57,2800	1,60712	57,64	99,37543	57,14	99,75558	56,86	99,26675	-	-	HAp
37	57,9200	1,59088	-	-	58,08	99,72451	58,36	99,24605	-	-	HAp
38	59,9400	1,54200	59,74	99,66633	59,98	99,93331	60,15	99,65087	-	-	HAp
39	61,7383	1,50133	61,85	99,81940	61,75	99,98105	61,62	99,80838	-	-	HAp
40	63,1600	1,47091	63,60	99,30817	63,04	99,81000	63,32	99,74731	-	-	HAp
41	64,0975	1,45164	-	-	64,05	99,92589	-	-	-	-	HAp
42	65,1400	1,43091	-	-	65,06	99,87718	65,27	99,80082	-	-	HAp
43	66,4950	1,40500	-	-	66,47	99,96240	-	-	-	-	HAp

Keterangan:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Jumlah fase berdasarkan nomor peak dengan persentasw tertinggi}}{\text{Jumlah peak keseluruhan}} \times 100\%$$

$$\text{MgW} = \frac{10}{43} \times 100\% = 23,25581\% \quad \text{AKA} = \frac{0}{43} \times 100\% = 0,00000\%$$

$$\text{HAp} = \frac{31}{43} \times 100\% = 72,09302\% \quad \beta\text{-TCP} = \frac{2}{43} \times 100\% = 4,65116\%$$

Lampiran 19. Perhitungan Probabilitas Fase Sampel Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Peak No	2θ (deg)	d (Å)	Ca ₁₈ Mg ₂ H ₂ (PO ₄) ₁₄ (Magnesium Whitlockite) (MgW)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂ Hidroksiapatit (HAp)		β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ β-Trikalsium Posfat (β-TCP)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ CO ₃ Karbonat Apatit (AKA)		Fase
			2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	
1	10,8130	8,17544	10,95	98,74885	10,82	99,93530	-	-	10,80	99,87977	HAp
2	13,5260	6,54112	13,71	98,65791	-	-	14,73	91,82620	-	-	MgW
3	16,8525	5,25672	17,05	98,84164	16,84	99,92582	-	-	16,82	99,80715	HAp
4	21,6512	4,10126	21,93	98,72868	21,71	99,72915	-	-	21,56	99,57877	HAp
5	22,7200	3,91069	22,29	98,10739	-	-	-	-	-	-	MgW
6	23,1050	3,84639	-	-	22,87	98,98290	23,89	96,71410	22,80	98,67993	HAp
7	24,9800	3,56176	-	-	25,32	98,65718	-	-	25,36	98,50157	HAp
8	25,6789	3,46639	25,93	99,03162	25,85	99,33810	-	-	25,93	99,03162	HAp
9	26,3400	3,38087	26,29	99,81017	-	-	26,36	99,92412	-	-	β-TCP
10	27,7379	3,21357	27,53	99,25648	-	-	27,67	99,75520	28,12	98,64118	β-TCP
11	28,4400	3,13582	27,79	97,71448	28,11	98,83966	27,67	97,29254	-	-	HAp
12	28,7400	3,10376	-	-	28,98	99,17184	28,91	99,41196	-	-	HAp
13	29,4743	3,02809	29,78	98,97347	-	-	29,62	99,50810	-	-	β-TCP
14	30,4000	2,93795	-	-	-	-	30,15	99,17763	-	-	β-TCP
15	30,8758	2,89376	31,16	99,08793	-	-	30,80	99,75450	-	-	β-TCP
16	31,6068	2,82848	-	-	31,72	99,54897	31,96	98,89486	31,51	99,69373	AKA
17	31,9800	2,79632	-	-	32,18	99,37849	-	-	32,20	99,31677	HAp
18	32,7137	2,73526	32,55	99,49959	32,80	99,73689	32,62	99,71357	32,44	99,16334	HAp
19	33,8800	2,64372	33,56	99,05548	-	-	-	-	33,93	99,85263	AKA
20	34,2400	2,61674	34,51	99,21761	34,10	99,59112	-	-	-	-	HAp
21	35,0800	2,55598	35,24	99,54597	35,10	99,94301	-	-	34,87	99,40136	HAp
22	35,4400	2,53084	35,67	99,35520	35,45	99,97179	35,31	99,63318	35,26	99,49209	HAp
23	37,2800	2,41004	37,49	99,43985	-	-	37,49	99,43985	-	-	MgW
24	37,6800	2,38537	38,00	99,15789	-	-	38,29	98,40689	-	-	MgW
25	39,0200	2,30649	-	-	39,14	99,69340	-	-	-	-	HAp

26	39,6175	2,27307	39,96	99,14289	39,70	99,79219	39,87	99,36669	39,51	99,72865	HAp
27	40,9660	2,20130	41,27	99,26338	40,96	99,98535	40,98	99,96583	-	-	HAp
28	41,7293	2,16278	41,94	99,49761	41,93	99,52134	42,07	99,19015	-	-	HAp
29	43,4200	2,08240	43,09	99,23998	-	-	43,40	99,95393	-	-	β -TCP
30	43,6600	2,07151	43,96	99,31756	43,82	99,63486	-	-	-	-	HAp
31	44,2950	2,04328	44,11	99,58234	44,40	99,76351	44,47	99,60647	-	-	HAp
32	45,1473	2,00667	45,49	99,24664	45,27	99,72895	45,42	99,39960	-	-	HAp
33	46,5429	1,94969	-	-	46,65	99,77041	-	-	-	-	HAp
34	46,9400	1,93412	46,80	99,70174	-	-	46,87	99,85087	-	-	β -TCP
35	47,4400	1,91490	47,16	99,40978	-	-	-	-	-	-	MgW
36	47,9085	1,89726	-	-	48,01	99,78858	-	-	-	-	HAp
37	48,3600	1,88059	48,55	99,60865	48,50	99,71134	-	-	-	-	HAp
38	49,3014	1,84686	-	-	49,42	99,76001	49,13	99,65234	-	-	HAp
39	50,2980	1,81258	50,00	99,40753	50,51	99,58028	49,71	98,83096	-	-	HAp
40	51,1128	1,78558	50,87	99,21193	51,31	99,61566	-	-	-	-	HAp
41	51,8900	1,76065	51,67	99,57602	52,11	99,57781	51,67	99,57602	-	-	HAp
42	52,9386	1,72822	53,20	99,50864	53,13	99,63975	-	-	-	-	HAp
43	53,4600	1,71259	53,71	99,53453	53,42	99,92517	53,40	99,88776	-	-	HAp
44	54,3266	1,68730	54,58	99,53572	54,36	99,93855	54,51	99,66354	-	-	HAp
45	55,7540	1,64774	55,31	99,20364	55,89	99,75666	-	-	-	-	HAp
46	56,1533	1,63666	56,18	99,95681	-	-	56,28	99,77487	-	-	MgW
47	56,9750	1,61500	56,84	99,76305	57,05	99,86853	-	-	-	-	HAp
48	57,8300	1,59314	57,64	99,67145	57,93	99,82737	57,97	99,75849	-	-	HAp
49	59,5658	1,55079	59,75	99,69171	59,73	99,72509	59,07	99,16764	-	-	HAp
50	60,2400	1,53503	60,55	99,48802	60,30	99,90049	60,69	99,25852	-	-	HAp
51	61,4788	1,50704	61,78	99,51246	61,46	99,96942	61,62	99,77089	-	-	HAp
52	62,8400	1,47763	-	-	62,88	99,93638	62,10	98,82240	-	-	HAp
53	63,3600	1,46675	-	-	63,33	99,95265	-	-	-	-	HAp
54	63,8812	1,45603	63,60	99,55980	63,92	99,93929	63,81	99,88854	-	-	HAp
55	64,8500	1,43660	-	-	64,89	99,93835	-	-	-	-	HAp
56	66,2183	1,41020	-	-	66,26	99,92453	65,89	99,50421	-	-	HAp
57	67,4186	1,38798	-	-	66,30	98,34081	-	-	-	-	HAp

Keterangan:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Jumlah fase berdasarkan nomor peak dengan persentasw tertinggi}}{\text{Jumlah peak keseluruhan}} \times 100\%$$

$$\text{MgW} = \frac{6}{57} \times 100\% = 10,52631\%$$

$$\text{HAp} = \frac{42}{57} \times 100\% = 73,68421\%$$

$$\beta\text{-TCP} = \frac{7}{57} \times 100\% = 12,28070\%$$

$$\text{AKA} = \frac{2}{57} \times 100\% = 3,50877\%$$

Lampiran 20. Perhitungan Probabilitas Fase Sampel Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Peak No	2θ (deg)	d (Å)	Ca ₁₈ Mg ₂ H ₂ (PO ₄) ₁₄ (Magnesium Whitlockite) (MgW)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂ Hidroksiapatit (HAp)		β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ β-Trikalsium Posfat (β-TCP)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ CO ₃ Karbonat Apatit (AKA)		Fase
			2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	
1	10,9605	8,06575	10,92	99,63049	10,87	99,17430	-	-	10,80	98,53365	MgW
2	13,7016	6,45768	13,70	99,98832	-	-	14,65	93,52627	-	-	MgW
3	17,0600	5,19325	17,07	99,94141	16,84	98,71043	-	-	16,84	98,71048	MgW
4	20,2314	4,38576	20,27	99,80957	-	-	20,18	99,74593	-	-	MgW
5	21,8769	4,05646	21,95	99,66697	21,78	99,55706	-	-	21,64	98,91712	MgW
6	23,2790	3,81803	-	-	22,87	98,24305	-	-	-	-	HAp
7	25,1160	3,54279	-	-	25,42	98,80409	-	-	-	-	HAp
8	25,8367	3,44557	25,87	99,87127	25,85	99,94854	-	-	25,93	99,64018	HAp
9	26,5400	3,35584	26,60	99,77443	-	-	26,63	99,66203	-	-	MgW
10	27,3800	3,25476	27,53	99,45513	-	-	-	-	-	-	MgW
11	27,8735	3,19825	27,88	99,97668	28,11	99,15866	27,67	99,26991	-	-	MgW
12	28,7200	3,10588	-	-	-	-	-	-	28,74	99,93041	AKA
13	29,1400	3,06206	-	-	28,93	99,27934	28,90	99,17638	-	-	HAp
14	29,6773	3,00783	29,74	99,76462	-	-	29,57	99,63844	-	-	MgW
15	31,0472	2,87817	31,13	99,73401	-	-	30,87	99,42925	-	-	MgW
16	31,8000	2,81173	-	-	31,92	99,62406	31,96	99,49937	31,60	99,37106	HAp
17	32,4200	2,75936	32,58	99,50890	32,18	99,25971	32,62	99,38687	32,11	99,04380	MgW
18	32,9600	2,71538	33,11	99,54696	32,91	99,84830	-	-	32,69	99,18082	HAp
19	33,5200	2,67128	33,57	99,85105	-	-	33,42	99,70167	-	-	MgW
20	33,9600	2,63128	-	-	-	-	-	-	33,96	100,0000	AKA
21	34,3900	2,60567	34,50	99,68115	34,07	99,06949	34,87	98,62345	34,00	98,86594	MgW
22	35,1200	2,55316	35,08	99,88610	-	-	-	-	-	-	MgW
23	35,6912	2,51360	35,72	99,91937	35,45	99,32420	35,31	98,93194	-	-	MgW
24	37,3887	2,40329	37,46	99,80966	-	-	37,49	99,72979	-	-	MgW
25	37,8400	2,37565	37,99	99,60515	-	-	38,23	98,97985	-	-	MgW

26	39,1600	2,29856	-	-	39,17	99,97447	-	-	-	-	HAp
27	39,8862	2,25837	39,90	99,96541	39,82	99,8340	39,75	99,6585	39,60	99,2824	MgW
28	41,1013	2,19437	41,18	99,80888	-	-	40,98	99,70487	-	-	MgW
29	41,7750	2,16052	41,82	99,89239	-	-	-	-	-	-	MgW
30	42,2000	2,13974	-	-	42,00	99,52606	42,03	99,59715	-	-	β -TCP
31	43,0800	2,09805	43,10	99,95359			43,20	99,72222	-	-	MgW
32	43,5000	2,07876	43,56	99,86225	-	-	43,42	99,81609	-	-	MgW
33	43,9000	2,06074	43,85	99,88610	43,80	99,77220	-	-	-	-	MgW
34	44,6238	2,02898	44,67	99,89657	-	-	44,40	99,49847	-	-	MgW
35	45,3312	1,99895	45,48	99,67282	45,29	99,90911	45,38	99,89246	-	-	HAp
36	46,9766	1,93270	-	-	46,70	99,41119	46,58	99,15574	-	-	HAp
37	47,4800	1,91338	47,11	99,22072	-	-	-	-	-	-	MgW
38	48,0200	1,89311	48,15	99,73001	48,11	99,81292	-	-	-	-	HAp
39	48,3800	1,87986	48,56	99,62932	48,60	99,54732	48,42	99,91738	-	-	β -TCP
40	49,5000	1,83992	-	-	49,43	99,85858	49,24	99,47474	-	-	HAp
41	49,8200	1,82885	49,90	99,83967	-	-	49,71	99,77920	-	-	MgW
42	50,3800	1,80982	50,48	99,80190	50,48	99,80190	-	-	-	-	MgW
43	50,7000	1,79915	50,88	99,64622	-	-	50,89	99,62664	-	-	MgW
44	51,4150	1,77580	51,41	99,99027	51,31	99,79577	51,67	99,50648	-	-	MgW
45	53,0178	1,72503	53,09	99,86400	53,13	99,78881	52,90	99,77781	-	-	MgW
46	53,5600	1,70963	53,72	99,70215	-	-	53,40	99,70126	-	-	MgW
47	54,4768	1,68300	54,60	99,77435	-	-	54,50	99,81651	-	-	β -TCP
48	55,1060	1,66527	55,24	99,75742	-	-	55,27	99,70327	-	-	MgW
49	56,1325	1,63722	56,28	99,73791	55,99	99,74613	56,33	99,64938	-	-	HAp
50	56,6025	1,62474	56,81	99,65228	-	-	56,64	99,93379	-	-	β -TCP
51	57,5117	1,60119	57,56	99,91608	57,13	99,33630	57,42	99,84055	-	-	MgW
52	59,5554	1,55103	59,67	99,80961	-	-	60,18	98,96211	-	-	MgW
53	60,3726	1,53198	60,53	99,73996	60,42	99,92154	60,36	99,97912	-	-	β -TCP
54	61,5950	1,50448	61,18	99,32624	61,64	99,92699	61,65	99,91078	-	-	HAp
55	63,4266	1,46537	63,58	99,75872	63,02	99,35894	63,38	99,92652	-	-	β -TCP
56	66,2900	1,40885	-	-	66,37	99,87946	65,88	99,38150	-	-	HAp
57	67,4700	1,38705	-	-	-	-	67,43	99,94071	-	-	β -TCP

Keterangan:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Jumlah fase berdasarkan nomor peak dengan persentasw tertinggi}}{\text{Jumlah peak keseluruhan}} \times 100\%$$

$$\text{MgW} = \frac{34}{57} \times 100\% = 59,64912\%$$

$$\text{HAp} = \frac{14}{57} \times 100\% = 24,56140\%$$

$$\beta\text{-TCP} = \frac{7}{57} \times 100\% = 12,28070\%$$

$$\text{AKA} = \frac{2}{57} \times 100\% = 3,50877\%$$

Lampiran 21. Perhitungan Probabilitas Fase Sampel Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Peak No	2θ (deg)	d (Å)	Ca ₁₈ Mg ₂ H ₂ (PO ₄) ₁₄ (Magnesium Whitlockite) (MgW)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ (OH) ₂ Hidroksiapatit (HAp)		β-Ca ₃ (PO ₄) ₂ β-Trikalsium Posfat (β-TCP)		Ca ₁₀ (PO ₄) ₆ CO ₃ Karbonat Apatit (AKA)		Fase
			2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	2θ deg	%	
1	11,0803	7,97881	10,95	98,82403	10,87	98,1020	-	-	10,87	98,1020	MgW
2	13,8046	6,40973	13,67	99,02496	-	-	-	-	-	-	MgW
3	15,5144	5,70696	14,29	92,10797	-	-	-	-	-	-	MgW
4	16,9200	5,23590	17,05	99,23753	-	-	-	-	16,84	99,20278	MgW
5	20,4040	4,34905	20,27	99,34326	-	-	20,09	98,46108	-	-	MgW
6	22,0400	4,02979	21,94	99,54627	21,76	98,72958	21,73	98,59346	21,76	98,72958	MgW
7	23,4306	3,79367	-	-	-	-	-	-	22,86	97,56472	AKA
8	25,2663	3,52205	-	-	-	-	-	-	25,36	99,63052	AKA
9	25,9806	3,42681	25,87	99,57429	25,88	99,61278	-	-	25,87	99,57429	HAp
10	26,3800	3,37583	26,27	99,58301	-	-	-	-	-	-	MgW
11	26,7362	3,33166	26,63	99,60278	-	-	-	-	-	-	MgW
12	27,6200	3,22702	27,54	99,71035	-	-	-	-	-	-	MgW
13	28,0383	3,17982	27,89	99,47108	28,13	99,67401	-	-	28,14	99,63859	HAp
14	28,4600	3,13366	-	-	-	-	28,66	99,30216	-	-	β-TCP
15	28,8400	3,09323	-	-	28,92	99,72337	-	-	28,93	99,68890	HAp
16	29,8578	2,99006	29,73	99,57197	-	-	-	-	-	-	MgW
17	30,8400	2,89703	-	-	-	-	30,97	99,58023	-	-	β-TCP
18	31,2204	2,86260	31,12	99,67841	-	-	-	-	-	-	MgW
19	31,5800	2,83082	-	-	31,76	99,43324	-	-	31,77	99,40195	HAp
20	31,9876	2,79567	-	-	32,19	99,37123	-	-	32,20	99,34037	HAp
21	32,4000	2,76102	32,58	99,44751	-	-	-	-	-	-	MgW
22	32,6600	2,73963	-	-	32,89	99,30069	-	-	32,90	99,27051	HAp
23	33,1714	2,69855	33,13	99,87519	-	-	-	-	-	-	MgW
24	33,6891	2,65826	33,59	99,70583	-	-	-	-	-	-	MgW
25	34,2000	2,61971	-	-	34,06	99,59064	34,14	99,82456	34,06	99,59064	β-TCP

26	34,5753	2,59213	34,51	99,81113	-	-	-	-	-	-	MgW
27	34,9200	2,56733	35,10	99,48717	-	-	-	-	-	-	MgW
28	35,3000	2,54055	35,25	99,85835	35,45	99,57686	-	-	35,46	99,54878	MgW
29	35,8015	2,50611	35,70	99,71649	-	-	-	-	-	-	MgW
30	36,0800	2,48740	36,01	99,77827	-	-	-	-	-	-	MgW
31	37,1400	2,41811	37,27	99,65119	-	-	37,15	99,97308	-	-	β -TCP
32	37,5704	2,39208	37,46	99,70615	-	-	-	-	-	-	MgW
33	38,0180	2,36494	37,97	99,87374	-	-	-	-	-	-	MgW
34	39,7800	2,26415	-	-	39,79	99,97486	-	-	39,80	99,94974	HAp
35	40,0343	2,25036	39,95	99,78943	-	-	-	-	-	-	MgW
36	40,2600	2,23826	40,19	99,82613	-	-	-	-	-	-	MgW
37	40,4200	2,22977	40,31	99,72785	-	-	-	-	-	-	MgW
38	41,0000	2,19955	41,10	99,75669	-	-	40,83	99,58536	-	-	MgW
39	41,2944	2,18455	41,25	99,89247	-	-	-	-	-	-	MgW
40	41,8915	2,15478	41,81	99,80544	-	-	-	-	-	-	MgW
41	42,1600	2,14168	-	-	42,00	99,62049	-	-	-	-	HAp
42	43,3200	2,08698	43,57	99,42621	-	-	43,56	99,44903	-	-	β -TCP
43	43,6600	2,07151	43,67	99,97710	-	-	43,59	99,83967	-	-	MgW
44	43,8600	2,06253	43,85	99,97720	43,88	99,93620	-	-	-	-	MgW
45	44,1400	2,05009	44,08	99,86406	-	-	44,29	99,66132	-	-	MgW
46	44,7400	2,02398	44,68	99,86589	-	-	-	-	-	-	MgW
47	44,9600	2,01459	44,93	99,93327	-	-	-	-	-	-	MgW
48	45,4993	1,99196	45,43	99,84768	-	-	45,16	99,25427	-	-	MgW
49	46,9400	1,93412	46,80	99,70174	-	-	46,75	99,59522	-	-	MgW
50	47,1546	1,92582	47,10	99,88421	-	-	-	-	-	-	MgW
51	48,2286	1,88541	48,16	99,85776	-	-	-	-	-	-	MgW
52	48,6000	1,87187	48,56	99,91795	-	-	-	-	-	-	MgW
53	49,6600	1,83436	-	-	49,49	99,65767	-	-	-	-	HAp
54	49,9600	1,82405	49,87	99,81985	-	-	-	-	-	-	MgW
55	50,5600	1,80380	50,44	99,76265	50,48	99,84177	-	-	-	-	HAp
56	50,8000	1,79584	50,88	99,84276	-	-	-	-	-	-	MgW
57	51,5200	1,77242	51,44	99,84472	51,26	99,49534	-	-	-	-	MgW

58	51,6800	1,76731	51,64	99,92260	-	-	-	-	-	-	MgW
59	52,8000	1,72133	52,77	99,94318	-	-	52,97	99,67906	-	-	MgW
60	53,1670	1,72133	53,09	99,85517	53,22	99,90041			-	-	HAp
61	53,5400	1,71318	53,69	99,72061	-	-	-	-	-	-	MgW
62	53,7800	1,70315	53,72	99,88843	-	-	-	-	-	-	MgW
63	54,6282	1,67870	54,58	99,91178	-	-	-	-	-	-	MgW
64	55,3193	1,65935	55,25	99,87472	-	-	-	-	-	-	MgW
65	56,3178	1,63227	56,29	99,95063	-	-	56,50	99,67753	-	-	MgW
66	56,7570	1,62068	56,78	99,95949	-	-	-	-	-	-	MgW
67	57,6900	1,59667	57,60	99,84399	57,14	99,04662	-	-	-	-	MgW
68	59,5400	1,55377	59,66	99,79886	-	-	59,15	99,34497	-	-	MgW
69	59,7265	1,54700	59,75	99,96066	-	-	-	-	-	-	MgW
70	61,7850	1,50031	61,77	99,997572	-	-	61,12	98,92368	-	-	MgW
71	63,5842	1,46213	63,58	99,99339	62,98	99,04976			-	-	MgW
72	66,4709	1,40545	-	-	-	-	64,54	97,09511	-	-	β-TCP
73	67,6650	1,38352	-	-	-	-	67,67	99,99261	-	-	β-TCP

Keterangan:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Jumlah fase berdasarkan nomor peak dengan persentasw tertinggi}}{\text{Jumlah peak keseluruhan}} \times 100\%$$

$$\text{MgW} = \frac{53}{73} \times 100\% = 72,60273\%$$

$$\text{HAp} = \frac{11}{73} \times 100\% = 15,06849\%$$

$$\beta\text{-TCP} = \frac{7}{73} \times 100\% = 9,58904\%$$

$$\text{AKA} = \frac{2}{73} \times 100\% = 2,73972\%$$

Lampiran 22. Perhitungan Persentase Kristalinitas HApuntuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Indeks Miller	2θ	V ₍₁₁₂₋₃₀₀₎	I ₃₀₀
112	32,25	16	164,62
300	32,98		

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \left[1 - \frac{16}{164,62} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \{ 1 - 0,09719 \} \times 100\%$$

$$X_c = 0,90281 \times 100\%$$

$$X_c = 90,281\%$$

Lampiran 23. Perhitungan Persentase Kristalinitas HAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Indeks Miller	2θ	V ₍₁₁₂₋₃₀₀₎	I ₃₀₀
112	32,18	13	400,49
300	32,91		

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \left[1 - \frac{13}{400,49} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \{ 1 - 0,03246 \} \times 100\%$$

$$X_c = 0,96754 \times 100\%$$

$$X_c = 96,674\%$$

Lampiran 24. Perhitungan Persentase Kristalinitas HAp untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Indeks Miller	2θ	V ₍₁₁₂₋₃₀₀₎	I ₃₀₀
112	32,18	57	560,20
300	32,91		

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \left[1 - \frac{57}{560,20} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \{ 1 - 0,10174 \} \times 100\%$$

$$X_c = 0,89826 \times 100\%$$

$$X_c = 89,826\%$$

Lampiran 25. Perhitungan Persentase Kristalinitas HAp untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Indeks Miller	2θ	V ₍₁₁₂₋₃₀₀₎	I ₃₀₀
112	32,18	57	624,08
300	32,91		

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \left[1 - \frac{57}{624,08} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \{ 1 - 0,09133 \} \times 100\%$$

$$X_c = 0,90867 \times 100\%$$

$$X_c = 90,867\%$$

Lampiran 26. Perhitungan Persentase Kristalinitas HAp untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Indeks Miller	2θ	V ₍₁₁₂₋₃₀₀₎	I ₃₀₀
112	32,18	13	179,36
300	32,91		

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \left[1 - \frac{13}{179,36} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \{ 1 - 0,072479 \} \times 100\%$$

$$X_c = 0,927521 \times 100\%$$

$$X_c = 92,7521\%$$

Lampiran 27. Perhitungan Persentase Kristalinitas HAp untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Indeks Miller	2θ	V ₍₁₁₂₋₃₀₀₎	I ₃₀₀
112	32,18	10	144,96
300	32,91		

$$X_c = \left[1 - \frac{V_{112-300}}{I_{300}} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \left[1 - \frac{10}{144,96} \right] \times 100\%$$

$$X_c = \{ 1 - 0,06898 \} \times 100\%$$

$$X_c = 0,93102 \times 100\%$$

$$X_c = 93,102\%$$

Lampiran 28. Perhitungan Ukuran Diameter Kisi Kristal HAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Dik: $k = 0,98$

$$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$$

1. Peak 1

$$2\theta \text{ (deg)} = 28,1583$$

$$\theta = 14,07915$$

$$\cos \theta = 0,96996$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,38420$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,38420}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00106 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00665$$

$$Ds_1 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00665)(0,96996)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00645}$$

$$= 234,07441 \text{ \AA}$$

$$= 23,40744 \text{ nm}$$

2. Peak 2

$$2\theta \text{ (deg)} = 48,7000$$

$$\theta = 24,35000$$

$$\cos \theta = 0,91104$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,34500$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,34500}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00095 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00596$$

$$D_{s_2} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00596)(0,91104)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00542}$$

$$= 278,55719 \text{ \AA}$$

$$= 27,85572 \text{ nm}$$

3. Peak 3

$$2\theta \text{ (deg)} = 50,64000$$

$$\theta = 25,32000$$

$$\cos \theta = 0,98251$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,37500$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,37500}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00104 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00653$$

$$D_{s_3} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00653)(0,98251)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00641}$$

$$= 235,53510 \text{ \AA}$$

$$= 23,55351 \text{ nm}$$

Lampiran 29. Perhitungan Ukuran Diameter Kisi Kristal HAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Dik: $k = 0,98$

$$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$$

1. Peak 1

$$2\theta \text{ (deg)} = 28,5082$$

$$\theta = 14,25141$$

$$\cos \theta = 0,96922$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,40580$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,40580}{360^\circ} 2 \text{ (3,14)}$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00112 \text{ (6,28)}$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00703$$

$$Ds_1 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00703)(0,96922)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00681}$$

$$= 221,70044 \text{ \AA}$$

$$= 22,170044 \text{ nm}$$

2. Peak 2

$$2\theta \text{ (deg)} = 48,6600$$

$$\theta = 24,33000$$

$$\cos \theta = 0,91118$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,35000$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,35000}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00097 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00609$$

$$D_{s_2} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00609)(0,91118)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00554}$$

$$= 272,52346 \text{ \AA}$$

$$= 27,25235 \text{ nm}$$

3. Peak 3

$$2\theta \text{ (deg)} = 50,40000$$

$$\theta = 25,20000$$

$$\cos \theta = 0,99773$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,26000$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,26000}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00072 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00452$$

$$D_{s_3} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00452)(0,99773)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00450}$$

$$= 335,55066 \text{ \AA}$$

$$= 33,55510 \text{ nm}$$

Lampiran 30. Perhitungan Ukuran Diameter Kisi Kristal HAp untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Dik: $k = 0,98$

$$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$$

1. Peak 1

$$2\theta \text{ (deg)} = 32,0000$$

$$\theta = 16,00000$$

$$\cos \theta = 0,96126$$

$$\text{FWHM (deg)} = 1,23340$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{1,23340}{360^\circ} 2 \text{ (3,14)}$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00342 \text{ (6,28)}$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,02147$$

$$D_{s_1} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,02147)(0,96126)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,02063}$$

$$= 73,18371 \text{ \AA}$$

$$= 7,31837 \text{ nm}$$

2. Peak 2

$$2\theta \text{ (deg)} = 26,0187$$

$$\theta = 13,00950$$

$$\cos \theta = 0,97433$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,63460$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,63460}{360^\circ} 2 \text{ (3,14)}$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00176 \text{ (6,28)}$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,01105$$

$$D_{s_2} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,01105)(0,97433)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,01076}$$

$$= 140,31412 \text{ \AA}$$

$$= 14,03141 \text{ nm}$$

3. Peak 3

$$2\theta \text{ (deg)} = 32,9600$$

$$\theta = 16,48000$$

$$\cos \theta = 0,95891$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,79260$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,79260}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00220 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,01381$$

$$D_{s_3} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,01381)(0,95891)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,01324}$$

$$= 114,03172 \text{ \AA}$$

$$= 11,40317 \text{ nm}$$

Lampiran 31. Perhitungan Ukuran Diameter Kisi Kristal HAp untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Dik: $k = 0,98$

$$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$$

1. Peak 1

$$2\theta \text{ (deg)} = 32,7137$$

$$\theta = 16,35685$$

$$\cos \theta = 0,95952$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,36500$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,36500}{360^\circ} 2 (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00101 (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00634$$

$$D_{s1} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00634)(0,95952)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00608}$$

$$= 248,31907 \text{ \AA}$$

$$= 24,83191 \text{ nm}$$

2. Peak 2

$$2\theta \text{ (deg)} = 25,6789$$

$$\theta = 12,83945$$

$$\cos \theta = 0,97499$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,35620$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,35620}{360^\circ} 2 (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00098 (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00615$$

$$D_{s_2} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00615)(0,97499)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00599}$$

$$= 252,05008 \text{ \AA}$$

$$= 25,20501 \text{ nm}$$

3. Peak 3

$$2\theta \text{ (deg)} = 31,9800$$

$$\theta = 15,99000$$

$$\cos \theta = 0,96130$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,45000$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,45000}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00125 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00785$$

$$D_{s_3} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00785)(0,96130)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00754}$$

$$= 200,23607 \text{ \AA}$$

$$= 20,02361 \text{ nm}$$

Lampiran 32. Perhitungan Ukuran Diameter Kisi Kristal HAp untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

Dik: $k = 0,98$

$$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$$

1. Peak 1

$$2\theta \text{ (deg)} = 25,8367$$

$$\theta = 12,91835$$

$$\cos \theta = 0,97468$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,40110$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,40110}{360^\circ} 2 (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00111 (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00697$$

$$Ds_1 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00697)(0,97468)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00679}$$

$$= 222,35346 \text{ \AA}$$

$$= 22,23535 \text{ nm}$$

2. Peak 2

$$2\theta \text{ (deg)} = 31,8000$$

$$\theta = 15,90000$$

$$\cos \theta = 0,96174$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,38280$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,38280}{360^\circ} 2 (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00106 (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00665$$

$$D_{s_2} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00665)(0,96174)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00639}$$

$$= 236,27230 \text{ \AA}$$

$$= 23,62723 \text{ nm}$$

3. Peak 3

$$2\theta \text{ (deg)} = 32,9600$$

$$\theta = 16,48000$$

$$\cos \theta = 0,95891$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,40440$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,40440}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00112 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00703$$

$$D_{s_3} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00703)(0,95891)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00674}$$

$$= 224,00296 \text{ \AA}$$

$$= 22,40030 \text{ nm}$$

Lampiran 33. Perhitungan Ukuran Diameter Kisi Kristal HAp untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

Dik: $k = 0,98$

$$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$$

1. Peak 1

$$2\theta \text{ (deg)} = 28,0383$$

$$\theta = 14,01915$$

$$\cos \theta = 0,97021$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,29920$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,29920}{360^\circ} 2 (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00083 (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00521$$

$$Ds_1 = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00521)(0,97021)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00505}$$

$$= 298,96633 \text{ \AA}$$

$$= 29,89663 \text{ nm}$$

2. Peak 2

$$2\theta \text{ (deg)} = 25,9806$$

$$\theta = 12,99030$$

$$\cos \theta = 0,97440$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,24400$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,24400}{360^\circ} 2 (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00067 (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00420$$

$$D_{s_2} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00420)(0,97440)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00409}$$

$$= 369,13936 \text{ \AA}$$

$$= 36,91394 \text{ nm}$$

3. Peak 3

$$2\theta \text{ (deg)} = 31,9876$$

$$\theta = 15,99380$$

$$\cos \theta = 0,96129$$

$$\text{FWHM (deg)} = 0,26280$$

$$2 \pi = 360^\circ$$

$$\beta_{\text{deg}} 2 \pi = 360^\circ \beta_{\text{rad}}$$

$$\frac{\beta_{\text{deg}} 2 \pi}{360^\circ} = \beta_{\text{rad}}$$

$$\beta_{\text{rad}} = \frac{0,26280}{360^\circ} 2 \pi \quad (3,14)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00073 \quad (6,28)$$

$$\beta_{\text{rad}} = 0,00458$$

$$D_{s_3} = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,98 \times 1,5406 \text{ \AA}}{(0,00458)(0,96129)}$$

$$= \frac{1,50978 \text{ \AA}}{0,00440}$$

$$= 343,13181 \text{ \AA}$$

$$= 34,31318 \text{ nm}$$

Lampiran 34. Hasil XRD HAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

*** Basic Data Process ***

Group : Standard
Data : bar#flo#1#800

Strongest 3 peaks

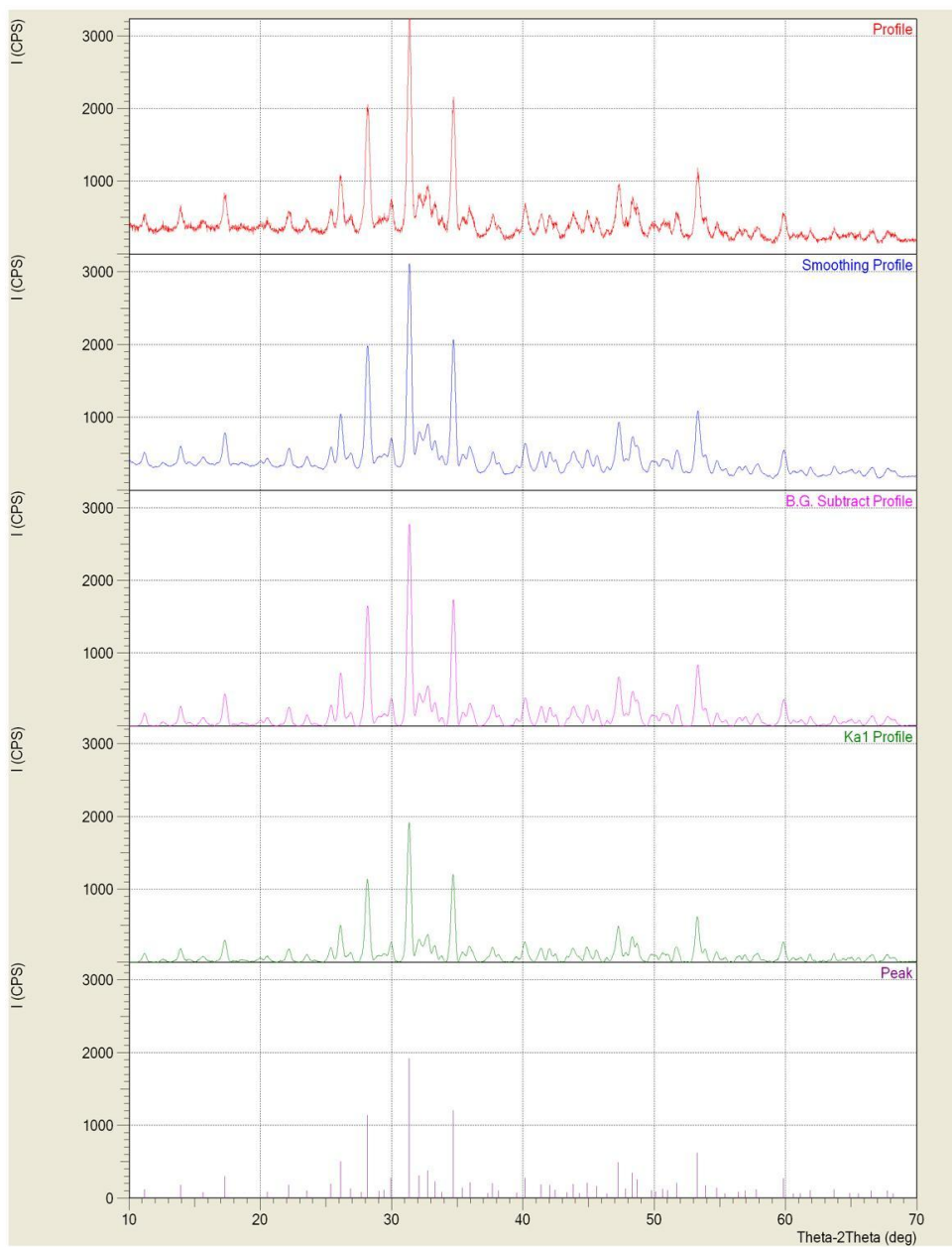
no. peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	16	31.3338	100	0.35380	1150	21749
2	21	34.6820	63	0.35110	723	13407
3	12	28.1583	59	0.38420	681	13509

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	11.1864	7.90337	6	0.32490	71	1279
2	13.9387	6.34836	9	0.35450	108	2538
3	15.6405	5.66123	4	0.43100	47	1371
4	17.2991	5.12200	16	0.37170	180	3850
5	20.5216	4.32439	4	0.34330	50	1620
6	22.1625	4.00779	9	0.37500	106	2328
7	23.5513	3.77450	5	0.36930	61	1405
8	25.3716	3.50767	10	0.35520	117	2339
9	26.1127	3.40978	26	0.37210	300	5912
10	26.8800	3.31416	7	0.33340	77	1741
11	27.7000	3.21788	4	0.14280	49	556
12	28.1583	3.16654	59	0.38420	681	13509
13	29.0400	3.07238	5	0.57340	56	2103
14	29.4200	3.03355	6	0.00000	68	0
15	29.9575	2.98034	14	0.34500	164	3727
16	31.3338	2.85250	100	0.35380	1150	21749
17	32.1000	2.78614	16	0.45340	186	5119
18	32.7600	2.73150	20	0.36340	227	4956
19	33.3000	2.68843	12	0.31080	133	2355
20	33.8010	2.64971	4	0.30200	48	788
21	34.6820	2.58440	63	0.35110	723	13407
22	35.4000	2.53361	7	0.32000	83	1436
23	35.9900	2.49341	11	0.50000	129	3246
24	37.3200	2.40755	3	0.32000	39	711
25	37.6887	2.38484	11	0.39250	121	2061
26	38.1400	2.35765	5	0.34400	59	1109
27	39.5141	2.27877	4	0.36170	42	768
28	40.1666	2.24325	14	0.41670	165	3764
29	41.3685	2.18081	10	0.40110	112	2406
30	42.0391	2.14756	9	0.35170	108	1824
31	42.4600	2.12724	6	0.30400	65	1060
32	43.3600	2.08515	4	0.21600	45	514
33	43.8433	2.06328	10	0.51330	113	2546
34	44.3000	2.04306	3	0.32000	40	692
35	44.9025	2.01703	11	0.39500	125	2601
36	45.6225	1.98686	8	0.33500	97	1829
37	46.3925	1.95566	3	0.21500	35	477
38	47.2667	1.92151	26	0.40170	294	7157
39	47.8200	1.90056	7	0.00000	77	0
40	48.3200	1.88206	18	0.37340	206	4283
41	48.7000	1.86826	13	0.34500	152	2827
42	49.8000	1.82954	6	0.38860	64	1124
43	50.1200	1.81860	5	0.34000	54	878
44	50.6400	1.80114	6	0.37500	74	1326
45	51.0200	1.78861	5	0.36000	62	1111
46	51.7238	1.76592	11	0.42430	123	2620
47	53.2945	1.71752	32	0.36910	373	7453
48	53.9000	1.69964	9	0.27600	104	1972
49	54.7586	1.67501	7	0.33070	82	1433
50	55.3800	1.65767	3	0.32000	37	651
51	56.4180	1.62961	4	0.44400	50	1047
52	56.9171	1.61650	5	0.29710	59	900

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
53	57.7860	1.59425	6	0.50800	70	2066
54	59.8383	1.54438	14	0.38330	163	3685
55	60.6020	1.52673	3	0.30800	36	575
56	61.1166	1.51510	3	0.44670	37	816
57	61.8728	1.49839	5	0.27150	63	1025
58	63.6975	1.45979	6	0.26500	70	1217
59	64.9100	1.43542	3	0.50000	38	1314
60	65.5530	1.42289	3	0.32600	35	560
61	66.5273	1.40439	5	0.51870	60	1551
62	67.7560	1.38189	5	0.44800	58	1184
63	68.1800	1.37432	3	0.52000	36	896

< Group: Standard Data: bar#flo#1#800 >



Lampiran 35. Hasil XRD HAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

```

*** Basic Data Process ***

Group      : Standard
Data       : bar#flo#1#900

# Strongest 3 peaks
no. peak   2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
           (deg)      (Å)    (deg)    (deg)     (Counts)  (Counts)
  1  16     31.6694     2.82303  100     0.38240    480     9676
  2  21     35.0171     2.56043   63     0.39050    301     6179
  3  13     28.5082     3.12847   55     0.40580    266     5864

# Peak Data List
peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)      (Å)    (deg)    (deg)     (Counts)  (Counts)
  1  11.5700     7.64218    5     0.40000     23      548
  2  14.2923     6.19209    8     0.31810     38      784
  3  16.0133     5.53027    3     0.26670     16      326
  4  17.6714     5.01492   12     0.38290     58     1245
  5  20.3300     4.36471    3     0.22000     16      270
  6  20.8600     4.25500    3     0.24000     15      253
  7  22.2000     4.00110    3     0.16000     16      153
  8  22.4875     3.95059    8     0.42500     40      792
  9  23.8625     3.72597    5     0.41500     26      652
 10  25.7240     3.46041    8     0.44800     37      771
 11  26.4543     3.36652   22     0.37530    105     1957
 12  27.1650     3.28003    5     0.37000     24      478
 13  28.5082     3.12847   55     0.40580    266     5864
 14  29.6400     3.01153    4     0.45340     19      610
 15  30.3087     2.94660   12     0.37750     59     1115
 16  31.6694     2.82303  100     0.38240    480     9676
 17  32.4200     2.75936   13     0.48660     62     1577
 18  33.0330     2.70954   19     0.51400     92     2118
 19  33.6600     2.66049   10     0.36000     50      928
 20  34.1800     2.62120    4     0.24000     21      297
 21  35.0171     2.56043   63     0.39050    301     6179
 22  35.7600     2.50892    7     0.30400     33      512
 23  36.3000     2.47283   13     0.48000     61     1618
 24  37.5000     2.39641    3     0.11000     16      138
 25  38.0460     2.36326   12     0.53200     56     1430
 26  38.5000     2.33643    6     0.34000     27      456
 27  39.8206     2.26194    4     0.22530     17      210
 28  40.5116     2.22494   16     0.48330     77     2027
 29  41.7316     2.16267   12     0.35670     59     1183
 30  42.3450     2.13275   12     0.43000     56     1214
 31  42.8000     2.11112    8     0.28000     39      601
 32  43.6800     2.07061    4     0.24000     21      310
 33  44.1100     2.05142   13     0.54000     60     1264
 34  44.5400     2.03261    6     0.36000     30      537
 35  45.2533     2.00221   13     0.42670     62     1339
 36  45.9458     1.97363   10     0.44170     46     1148
 37  47.6031     1.90871   30     0.41200    145     3759
 38  48.1600     1.88794    8     0.00000     38         0
 39  48.6600     1.86970   23     0.35000    111     2851
 40  49.1800     1.85114   13     0.16800     61     1060
 41  50.0800     1.81996    7     0.14280     32      259
 42  50.4000     1.80915    7     0.26000     35      554
 43  51.0900     1.78633    9     0.58000     44      937
 44  51.4000     1.77628    5     0.25340     24      277
 45  52.0591     1.75533   14     0.47170     69     1673
 46  53.6332     1.70747   43     0.40300    204     4245
 47  54.1600     1.69210   13     0.47200     64     1507
 48  55.0800     1.66599    9     0.36000     42      811
 49  55.7550     1.64741    5     0.19000     23      242
 50  56.7266     1.62148    5     0.34670     23      415
 51  57.2400     1.60815    7     0.32000     32      502
 52  58.1408     1.58536    9     0.46830     44      972

```

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
53	58.6505	1.57279	4	0.25100	20	275
54	59.7400	1.54668	4	0.16000	17	259
55	60.1785	1.53646	21	0.35710	103	1756
56	60.5200	1.52860	4	0.21340	19	333
57	60.9000	1.51997	5	0.18000	25	396
58	61.2000	1.51324	4	0.00000	18	0
59	61.5050	1.50646	5	0.35000	22	425
60	62.1930	1.49144	6	0.35400	29	528
61	64.0083	1.45345	10	0.23940	46	711
62	65.2950	1.42789	4	0.47000	18	545
63	65.8966	1.41630	3	0.32670	16	239
64	66.7200	1.40081	5	0.28000	24	296
65	66.9412	1.39671	8	0.32250	40	491
66	68.0800	1.37610	8	0.34400	37	585
67	68.5200	1.36833	4	0.58000	19	804

*** Basic Data Process ***

Data Information

Group : Standard
 Data : bar#flo#1#900
 Sample Name : serbuk
 Comment :
 Date & Time : 03-07-17 08:03:25

Measurement Condition

X-ray tube
 target : Cu
 voltage : 40.0 (kV)
 current : 30.0 (mA)

Slits
 Auto Slit : Used
 divergence slit : 1.00000 (deg)
 scatter slit : 1.00000 (deg)
 receiving slit : 0.30000 (mm)

Scanning
 drive axis : Theta-2Theta
 scan range : 10.0000 - 70.0000 (deg)
 scan mode : Continuous Scan
 scan speed : 2.0000 (deg/min)
 sampling pitch : 0.0200 (deg)
 preset time : 0.60 (sec)

Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
 smoothing points : 21

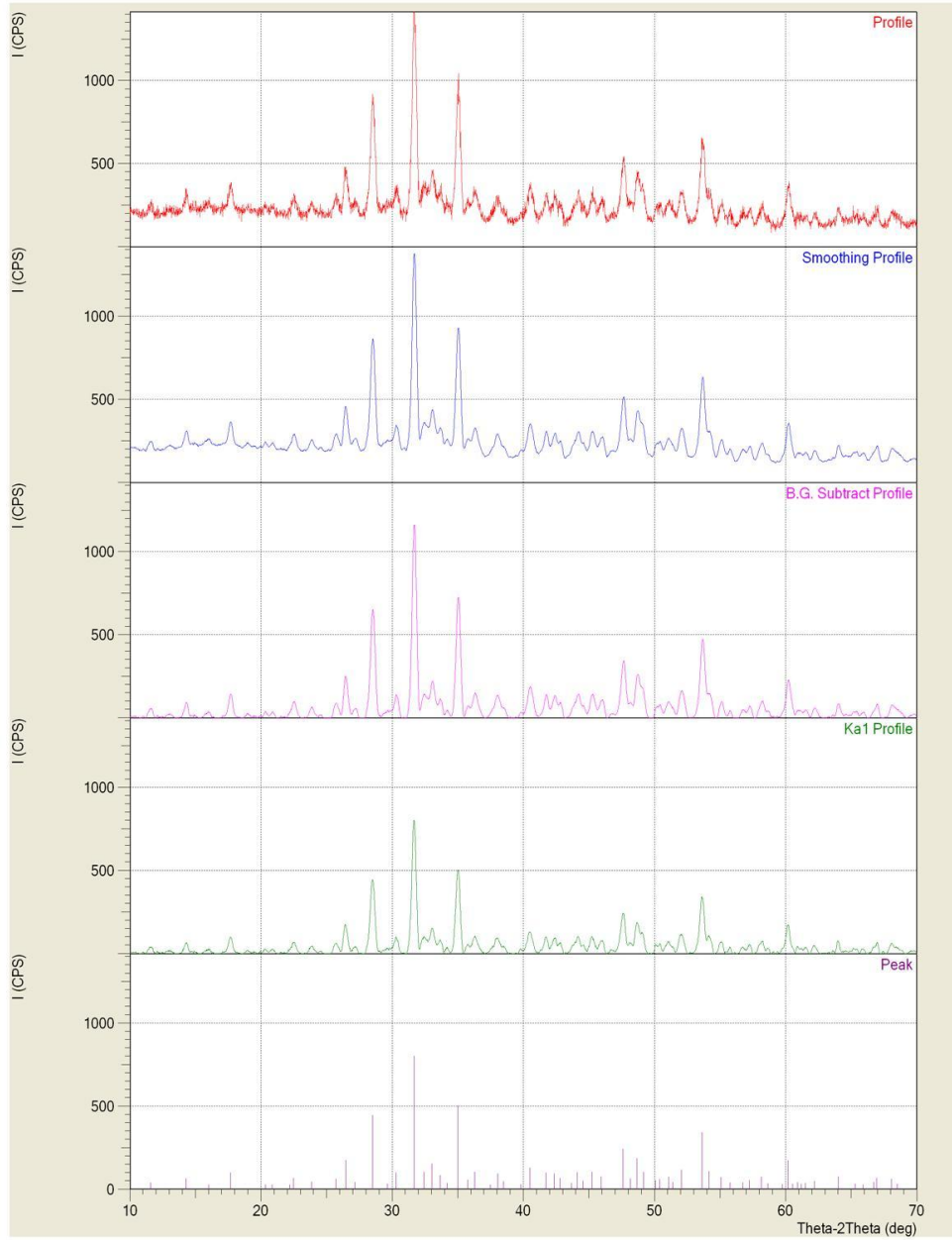
B.G.Subtraction [AUTO]
 sampling points : 23
 repeat times : 30

Kal-a2 Separate [MANUAL]
 Kal a2 ratio : 50 (%)

Peak Search [AUTO]
 differential points : 21
 FWHM threshold : 0.050 (deg)
 intensity threshold : 30 (par mil)
 FWHM ratio (n-1)/n : 2

System error Correction [NO]
 Precise peak Correction [NO]

< Group: Standard Data: bar#flo#1#900 >



Lampiran 36. Hasil XRD HAp untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

```

*** Basic Data Process ***

Group      : Standard
Data       : bar#flo#2#800

# Strongest 3 peaks
no. peak   2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
           (deg)      (A)    (deg)   (deg)     (Counts)  (Counts)
1  17      32.0000    2.79461 100     1.23340   655       26416
2  18      32.9600    2.71538  57     0.79260   372       14347
3  16      31.2600    2.85906  52     0.69260   342       10851

# Peak Data List
peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)      (A)    (deg)   (deg)     (Counts)  (Counts)
1          11.0700    7.98621  6      0.48660   39        1009
2          13.8350    6.39571  5      0.63000   35        1519
3          15.5300    5.70127  4      0.66000   25        1179
4          17.1510    5.16590  13     0.64200   83        2829
5          18.4850    4.79599  3      1.33000   21        1405
6          19.7400    4.49382  4      0.48000   23        538
7          20.4000    4.34989  4      0.76000   23        859
8          22.0000    4.03702  9      0.63000   56        1805
9          23.3690    3.80353  10     0.75800   66        2602
10         25.3600    3.50925  6      0.66660   41        1787
11         26.0187    3.42188  42     0.63460   274       7907
12         26.8400    3.31901  4      0.38660   29        891
13         28.1000    3.17298  34     0.64660   223       11380
14         28.9200    3.08485  35     0.00000   232        0
15         29.6800    3.00757  20     0.86000   132       9564
16         31.2600    2.85906  52     0.69260   342       10851
17         32.0000    2.79461  100    1.23340   655       26416
18         32.9600    2.71538  57     0.79260   372       14347
19         34.4453    2.60161  36     0.76400   237       9416
20         35.7325    2.51079  13     0.84500   82        3455
21         37.6833    2.38517  5      0.80670   31        1308
22         39.9000    2.25762  23     0.76000   150       6305
23         41.2400    2.18731  3      0.62000   20        817
24         42.0483    2.14711  13     0.59670   83        2434
25         43.9600    2.05807  6      1.02000   42        1791
26         44.6000    2.03001  7      0.58660   47        1204
27         45.4200    1.99525  7      0.57340   43        1239
28         46.8828    1.93635  28     0.69710   186       6736
29         48.2357    1.88515  16     0.76860   106       4520
30         49.6080    1.83617  26     0.60610   172       5245
31         50.6250    1.80164  13     0.77000   87        4017
32         51.3800    1.77692  10     0.00000   68        0
33         52.1800    1.75155  7      0.44000   47        2577
34         53.2654    1.71839  22     0.60640   141       4407
35         56.1233    1.63747  3      0.47330   21        541
36         57.2800    1.60712  5      0.74660   31        1042
37         57.9200    1.59088  4      0.92000   23        923
38         59.9400    1.54200  8      0.80000   51        2293
39         61.7383    1.50133  6      0.58330   37        1191
40         63.1600    1.47091  7      0.66000   43        1404
41         64.0975    1.45164  11     0.87500   71        2884
42         65.1400    1.43091  7      0.64000   44        1621
43         66.4950    1.40500  3      0.59000   20        765

```

*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group           : Standard
  Data            : bar#flo#2#800
  Sample Nmae    : serbuk
  Comment         :
  Date & Time     : 03-07-17 09:46:21

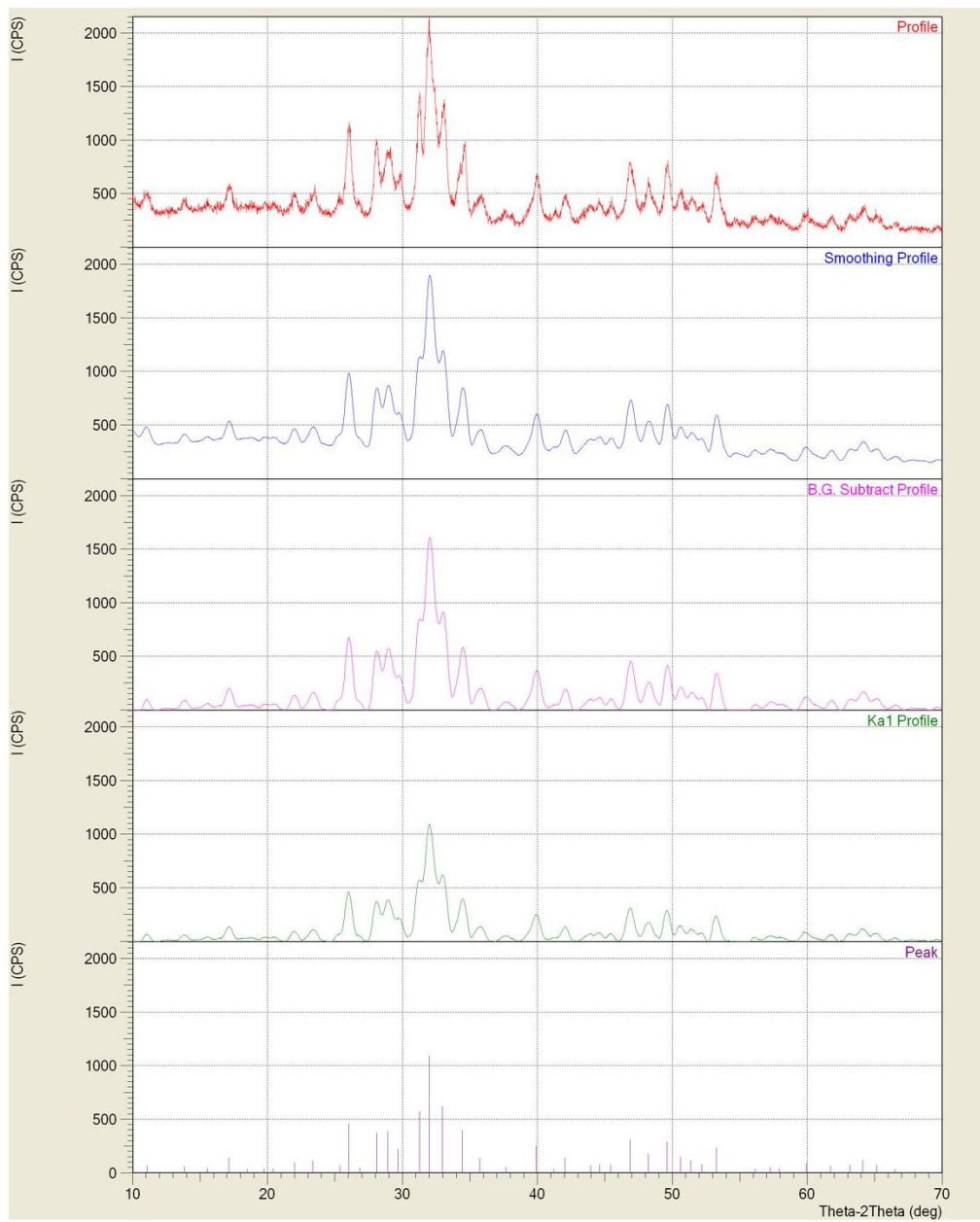
# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)

  Slits
    Auto Slit     : Used
    divergence slit : 1.00000 (deg)
    scatter slit   : 1.00000 (deg)
    receiving slit  : 0.30000 (mm)

  Scanning
    drive axis    : Theta-2Theta
    scan range    : 10.0000 - 70.0000 (deg)
    scan mode     : Continuous Scan
    scan speed    : 2.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time   : 0.60 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing       [ AUTO ]
    smoothing points : 49
  B.G.Subtruction [ AUTO ]
    sampling points  : 51
    repeat times     : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio     : 50 (%)
  Peak Search     [ AUTO ]
    differential points : 51
    FWHM threshold   : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

< Group: Standard Data: bar#flo#2#800 >



Lampiran 37. Hasil XRD HAp untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

*** Basic Data Process ***

Group : Standard
Data : bar#flo#2#900

Strongest 3 peaks

no. peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	16	31.6068	2.82848	100	0.37970	697	11862
2	18	32.7137	2.73526	60	0.36500	417	8577
3	15	30.8758	2.89376	59	0.32260	413	7076

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	10.8130	8.17544	9	0.31800	65	1100
2	13.5260	6.54112	4	0.33200	31	691
3	16.8525	5.25672	11	0.40500	80	1849
4	21.6512	4.10126	9	0.30900	64	1069
5	22.7200	3.91069	5	0.40000	36	677
6	23.1050	3.84639	10	0.38000	70	1324
7	24.9800	3.56176	7	0.38000	48	1170
8	25.6789	3.46639	47	0.35620	326	6162
9	26.3400	3.38087	4	0.40000	29	846
10	27.7379	3.21357	35	0.40700	241	5199
11	28.4400	3.13582	25	0.35740	173	2692
12	28.7400	3.10376	26	0.42900	181	3618
13	29.4743	3.02809	19	0.32860	135	2470
14	30.4000	2.93795	3	0.16000	24	359
15	30.8758	2.89376	59	0.32260	413	7076
16	31.6068	2.82848	100	0.37970	697	11862
17	31.9800	2.79632	57	0.45000	397	8574
18	32.7137	2.73526	60	0.36500	417	8577
19	33.8800	2.64372	23	0.35080	158	3047
20	34.2400	2.61674	37	0.32960	255	4100
21	35.0800	2.55598	7	0.48000	48	925
22	35.4400	2.53084	12	0.60000	82	2056
23	37.2800	2.41004	5	0.48000	36	844
24	37.6800	2.38537	3	0.36000	23	370
25	39.0200	2.30649	7	0.34000	48	870
26	39.6175	2.27307	29	0.34320	200	3670
27	40.9660	2.20130	4	0.23600	29	346
28	41.7293	2.16278	14	0.39860	95	2009
29	43.4200	2.08240	5	0.30660	36	572
30	43.6600	2.07151	5	0.44800	34	635
31	44.2950	2.04328	8	0.39000	55	1221
32	45.1473	2.00667	9	0.32810	62	1078
33	46.5429	1.94969	35	0.37250	247	4697
34	46.9400	1.93412	11	0.19600	79	1086
35	47.4400	1.91490	6	0.26280	42	618
36	47.9085	1.89726	22	0.32560	153	2522
37	48.3600	1.88059	9	0.28000	62	943
38	49.3014	1.84686	37	0.31000	261	4427
39	50.2980	1.81258	20	0.31300	141	2528
40	51.1128	1.78558	16	0.31220	112	2108
41	51.8900	1.76065	14	0.29000	98	1521
42	52.9386	1.72822	29	0.40270	200	4022
43	53.4600	1.71259	6	0.34400	45	930
44	54.3266	1.68730	6	0.26670	39	783
45	55.7540	1.64744	7	0.33200	46	861
46	56.1533	1.63666	4	0.22670	31	369
47	56.9750	1.61500	7	0.36000	49	1042
48	57.4200	1.60353	4	0.32000	29	395
49	57.8300	1.59314	4	0.50000	30	661
50	59.5658	1.55079	8	0.64170	57	1749
51	60.2400	1.53503	4	0.32000	30	646
52	61.4788	1.50704	9	0.30890	63	1185
53	62.8400	1.47763	9	0.34660	66	1138
54	63.3600	1.46675	5	0.35000	37	661
55	63.8812	1.45603	15	0.44250	102	2333
56	64.8500	1.43660	10	0.46000	71	1907
57	66.2183	1.41020	6	0.38330	40	930
58	67.4186	1.38798	3	0.29070	22	672

*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group           : Standard
  Data            : bar#flo#2#900
  Sample Nmae    : serbuk
  Comment         :
  Date & Time     : 03-07-17 09:12:42

# Measurement Condition
  X-ray tube
  target          : Cu
  voltage         : 40.0 (kV)
  current         : 30.0 (mA)

  Slits
  Auto Slit      : Used
  divergence slit : 1.00000 (deg)
  scatter slit   : 1.00000 (deg)
  receiving slit  : 0.30000 (mm)

  Scanning
  drive axis     : Theta-2Theta
  scan range     : 10.0000 - 70.0000 (deg)
  scan mode      : Continuous Scan
  scan speed     : 2.0000 (deg/min)
  sampling pitch : 0.0200 (deg)
  preset time    : 0.60 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing      [ AUTO ]
  smoothing points : 21
  B.G.Subtruction [ AUTO ]
  sampling points : 35
  repeat times   : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio   : 50 (%)
  Peak Search    [ AUTO ]
  differential points : 21
  FWHM threhold  : 0.050 (deg)
  intensity threhold : 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```


< Group: Standard Data: bar#flo#2#900 >



Lampiran 38. Hasil XRD HAp untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

```

*** Basic Data Process ***

Group      : Standard
Data       : bar#flo#3#800

# Strongest 3 peaks
no. peak   2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (Å)    (deg)    (deg)     (Counts)  (Counts)
  1      15      31.0472    2.87817  100    0.34600    1246    23202
  2      21      34.3900    2.60567   64    0.32800     803    14205
  3      11      27.8735    3.19825   59    0.41000     738    16887

# Peak Data List
peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (Å)    (deg)    (deg)     (Counts)  (Counts)
  1      10.9605    8.06575    5    0.39100     64    1362
  2      13.7016    6.45768    7    0.36330     88    1860
  3      17.0600    5.19325   14    0.38000    169    3600
  4      20.2314    4.38576    3    0.42290     39    1204
  5      21.8769    4.05946   10    0.35890    122    2736
  6      23.2790    3.81803    6    0.45530     78    2366
  7      25.1160    3.54279    9    0.43790    118    2719
  8      25.8367    3.44557   27    0.40110    337    6817
  9      26.5400    3.35584    8    0.55280     94    3003
 10      27.3800    3.25476    4    0.14660     49    566
 11      27.8735    3.19825   59    0.41000    738    16887
 12      28.7200    3.10588    5    0.00000     65     0
 13      29.1400    3.06206    7    0.00000     82     0
 14      29.6773    3.00783   13    0.37460    168    4147
 15      31.0472    2.87817  100    0.34600    1246    23202
 16      31.8000    2.81173   18    0.38280    222    5096
 17      32.4200    2.75936   21    0.41720    264    5885
 18      32.9600    2.71538   13    0.40440    161    3532
 19      33.5200    2.67128    4    0.24000     47    715
 20      33.9600    2.63767    3    0.16660     40    703
 21      34.3900    2.60567   64    0.32800    803    14205
 22      35.1200    2.55316    8    0.29200    104    1695
 23      35.6912    2.51360   12    0.52420    152    4165
 24      37.3887    2.40329   10    0.40250    128    2923
 25      37.8400    2.37565    6    0.32580     70    1282
 26      39.1600    2.29856    3    0.30000     42    864
 27      39.8862    2.25837   15    0.45250    188    4953
 28      41.1013    2.19437   12    0.33070    153    3080
 29      41.7750    2.16052   11    0.45000    137    2830
 30      42.2000    2.13974    7    0.27340     90    1385
 31      43.0800    2.09805    5    0.36800     63    1181
 32      43.5000    2.07876   11    0.37340    135    2225
 33      43.9000    2.06074    6    0.38280     78    1684
 34      44.6238    2.02898   10    0.47670    121    2870
 35      45.3312    1.99895    8    0.38250     96    2074
 36      46.9766    1.93270   26    0.35330    324    6393
 37      47.4800    1.91338    6    0.36000     70    1485
 38      48.0200    1.89311   19    0.33000    231    3603
 39      48.3800    1.87986   13    0.38340    164    3446
 40      49.5000    1.83992    7    0.26000     86    1206
 41      49.8200    1.82885    6    0.19000     71    837
 42      50.3800    1.80982    7    0.38660     85    1517
 43      50.7000    1.79915    6    0.29340     77    1121
 44      51.4150    1.77580   11    0.43000    134    3128
 45      53.0178    1.72583   31    0.38150    390    7571
 46      53.5600    1.70963   10    0.41500    126    2911
 47      54.4768    1.68300    7    0.35030     92    1641
 48      55.1060    1.66527    4    0.27600     46    687
 49      56.1325    1.63722    5    0.33500     60    990

peak       2Theta      d      I/I1    FWHM      Intensity  Integrated Int
no.        (deg)         (Å)    (deg)    (deg)     (Counts)  (Counts)
 50      56.6025    1.62474    5    0.40500     58    1146
 51      57.5117    1.60119    6    0.47000     79    2337
 52      59.5554    1.55103   14    0.36190    179    3843
 53      60.3726    1.53198    3    0.28130     42    1113
 54      61.5950    1.50448    4    0.31000     53    1093
 55      63.4266    1.46537    5    0.37330     59    1780
 56      66.2900    1.40885    6    0.34000     71    1454
 57      67.4700    1.38705    5    0.34000     57    1727

```

*** Basic Data Process ***

```
# Data Information
  Group           : Standard
  Data            : bar#flo#3#800
  Sample Name    : serbuk
  Comment        :
  Date & Time    : 03-07-17 08:38:14

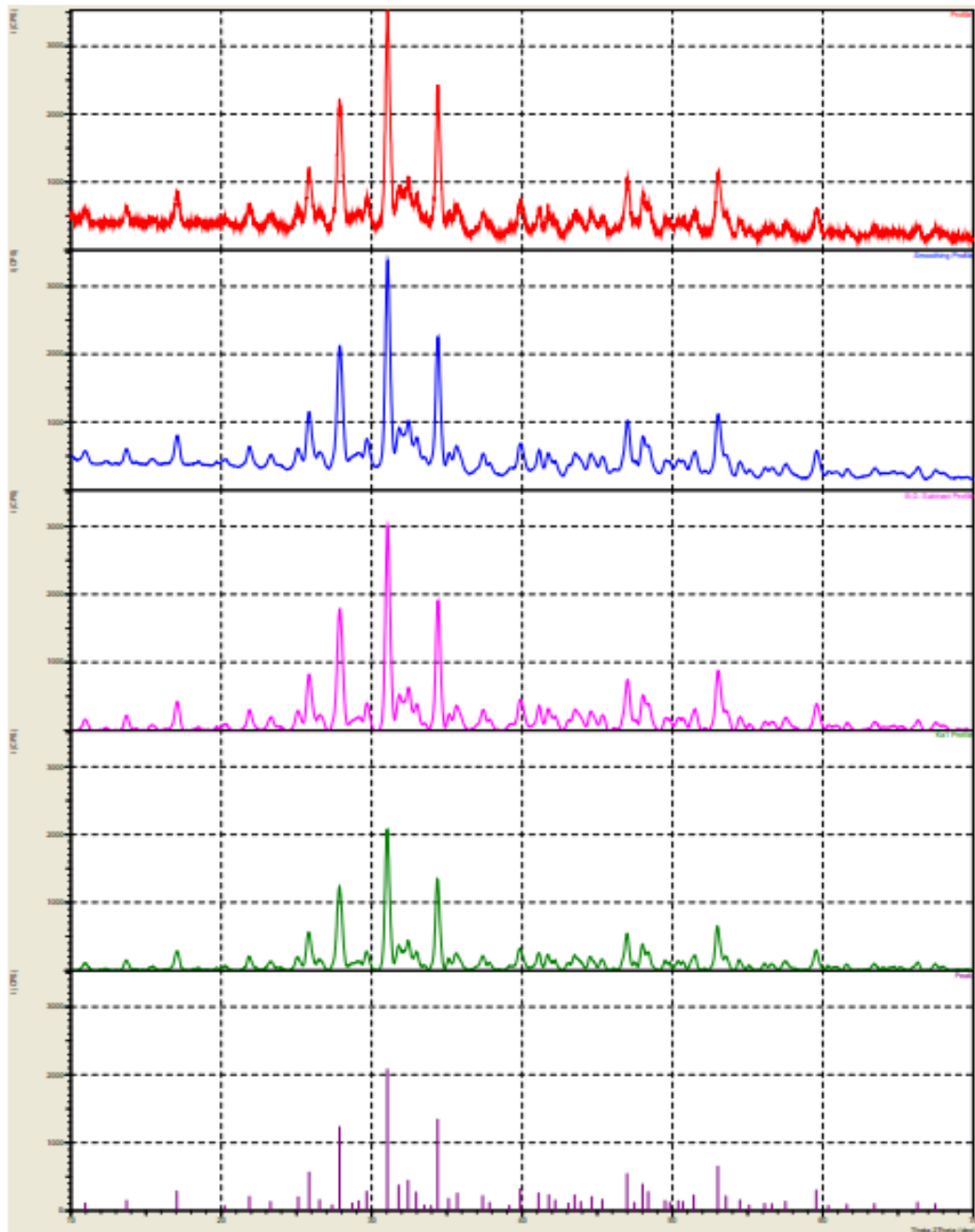
# Measurement Condition
  X-ray tube
    target        : Cu
    voltage       : 40.0 (kV)
    current       : 30.0 (mA)

  Slits
    Auto Slit    : Used
    divergence slit : 1.00000 (deg)
    scatter slit  : 1.00000 (deg)
    receiving slit : 0.30000 (mm)

  Scanning
    drive axis    : Theta-2Theta
    scan range    : 10.0000 - 70.0000 (deg)
    scan mode     : Continuous Scan
    scan speed    : 2.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time   : 0.60 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing      [ AUTO ]
    smoothing points : 19
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points  : 21
    repeat times     : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio     : 50 (%)
  Peak Search    [ AUTO ]
    differential points : 19
    FWHM threshold    : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

< Group: Standard Data: bar#flo#3#800 >



Lampiran 39. Hasil XRD HAp untuk Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

*** Basic Data Process ***

Group : Standard
Data : bar#flo#3#400

# Strongest 3 peaks							
no. peak	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated	Int (Counts)
1	22	31.2204	2.86260	100	0.23350	1833	23332
2	30	34.5753	2.59213	62	0.23150	1143	15090
3	15	28.0383	3.17982	56	0.29920	1025	17085

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated	Int (Counts)
1	11.0803	7.97881	6	0.27400	108	1832	
2	13.8046	6.40973	9	0.28210	160	3123	
3	15.5144	5.70696	3	0.26890	61	964	
4	16.9200	5.23590	4	0.17820	77	852	
5	17.1772	5.15808	15	0.26450	269	3635	
6	20.4040	4.34905	4	0.27200	71	1777	
7	22.0400	4.02979	11	0.22000	200	3342	
8	23.4306	3.79367	5	0.25510	91	1965	
9	25.2663	3.52205	10	0.20560	187	2570	
10	25.6400	3.47156	6	0.22280	106	1499	
11	25.9806	3.42681	27	0.24400	496	5884	
12	26.3800	3.37583	6	0.33340	104	1969	
13	26.7362	3.33166	8	0.21520	149	1795	
14	27.6200	3.22702	9	0.11700	165	1523	
15	28.0383	3.17982	56	0.29920	1025	17085	
16	28.4600	3.13366	3	0.14000	63	1037	
17	28.8400	3.09323	4	0.15760	65	1099	
18	29.2000	3.05590	3	0.00000	63	0	
19	29.5000	3.02551	5	0.32000	85	1652	
20	29.8578	2.99006	13	0.21890	237	2689	
21	30.8400	2.89703	13	0.12000	234	3124	
22	31.2204	2.86260	100	0.23350	1833	23332	
23	31.5800	2.83082	9	0.18800	162	2933	
24	31.9876	2.79567	13	0.26280	239	4984	
25	32.4000	2.76102	10	0.00000	183	0	
26	32.6600	2.73963	17	0.22320	310	4763	
27	33.1714	2.69855	10	0.29710	186	3093	
28	33.6891	2.65826	4	0.26620	76	1036	
29	34.2000	2.61971	10	0.11260	192	1775	
30	34.5753	2.59213	62	0.23150	1143	15090	
31	34.9200	2.56733	6	0.14000	110	1289	
32	35.3000	2.54055	6	0.30860	112	2036	
33	35.8015	2.50611	11	0.28140	210	2764	
34	36.0800	2.48740	6	0.20360	103	1418	
35	37.1400	2.41881	4	0.13240	74	709	
36	37.5704	2.39208	9	0.35910	167	2993	
37	38.0180	2.36494	5	0.25600	95	1339	
38	39.7800	2.26415	4	0.32000	81	2005	
39	40.0343	2.25036	13	0.28700	234	2965	
40	40.2600	2.23826	6	0.00000	103	0	
41	40.4200	2.22977	3	0.12340	62	836	
42	41.0000	2.19955	3	0.19000	59	684	
43	41.2944	2.18455	11	0.23110	193	2493	
44	41.8915	2.15478	9	0.26310	168	2695	
45	42.1600	2.14168	4	0.00000	72	0	
46	42.4000	2.13011	5	0.19460	88	1224	
47	43.3200	2.08698	4	0.31500	80	1200	
48	43.6600	2.07151	9	0.20000	164	2129	
49	43.8600	2.06253	5	0.00000	95	0	
50	44.1400	2.05009	5	0.21540	84	1603	
51	44.7400	2.02398	8	0.24000	153	1677	
52	44.9600	2.01459	4	0.52000	80	1579	

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
53	45.4993	1.99196	7	0.29470	120	2109
54	46.9400	1.93412	11	0.20760	202	2252
55	47.1546	1.92582	21	0.28920	392	4892
56	47.7400	1.90356	5	0.23500	98	1610
57	48.2286	1.88541	16	0.28730	287	4284
58	48.6000	1.87187	11	0.24640	197	2955
59	49.6600	1.83436	4	0.26500	80	991
60	49.9600	1.82405	3	0.40000	60	1195
61	50.5600	1.80380	5	0.33600	97	1225
62	50.8000	1.79584	4	0.48500	78	1432
63	51.5200	1.77242	7	0.27260	126	1545
64	51.6800	1.76731	8	0.23360	142	1567
65	52.8000	1.73243	5	0.14180	91	1054
66	53.1670	1.72133	26	0.27780	474	7596
67	53.4400	1.71318	9	0.00000	174	0
68	53.7800	1.70315	8	0.23420	149	3260
69	54.6282	1.67870	6	0.23240	118	2032
70	55.3193	1.65935	4	0.17860	69	868
71	56.3178	1.63227	4	0.27560	74	1206
72	56.7570	1.62068	3	0.38820	58	1147
73	57.6900	1.59667	5	0.40660	91	2291
74	59.4400	1.55377	4	0.15000	69	757
75	59.7265	1.54700	12	0.27970	228	3734
76	61.7850	1.50031	4	0.22600	67	1171
77	63.5842	1.46212	4	0.23650	65	1168
78	66.4709	1.40545	5	0.29820	86	1762
79	67.6650	1.38352	4	0.35000	74	2150

*** Basic Data Process ***

Data Infomation

Group : Standard
Data : bar#flo#3#400
Sample Nmae : serbuk
Comment :
Date & Time : 03-06-17 07:52:38

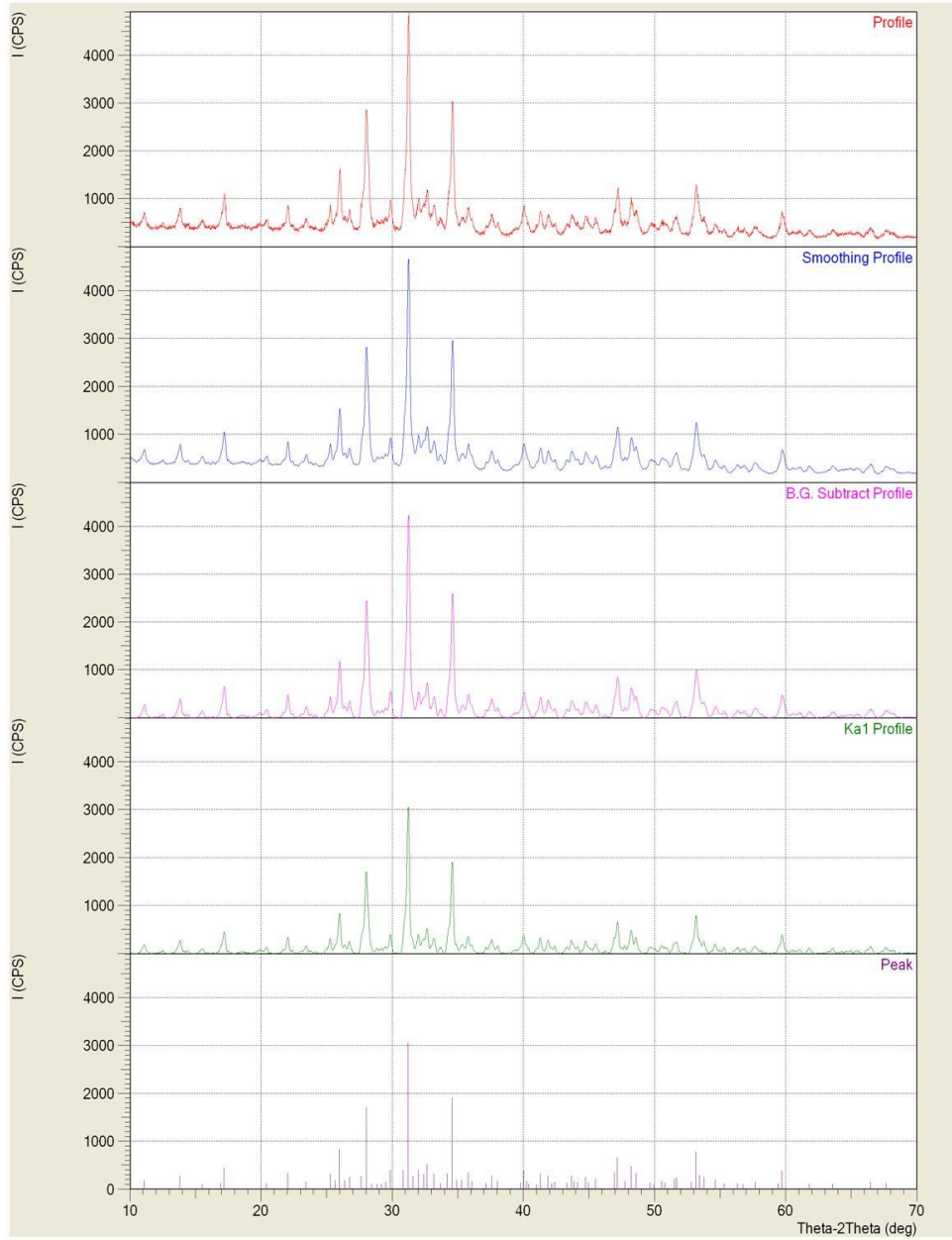
Measurement Condition

X-ray tube
target : Cu
voltage : 40.0 (kV)
current : 30.0 (mA)
Slits
Auto Slit : Used
divergence slit : 1.00000 (deg)
scatter slit : 1.00000 (deg)
receiving slit : 0.30000 (mm)
Scanning
drive axis : Theta-2Theta
scan range : 10.0000 - 70.0000 (deg)
scan mode : Continuous Scan
scan speed : 2.0000 (deg/min)
sampling pitch : 0.0200 (deg)
preset time : 0.60 (sec)

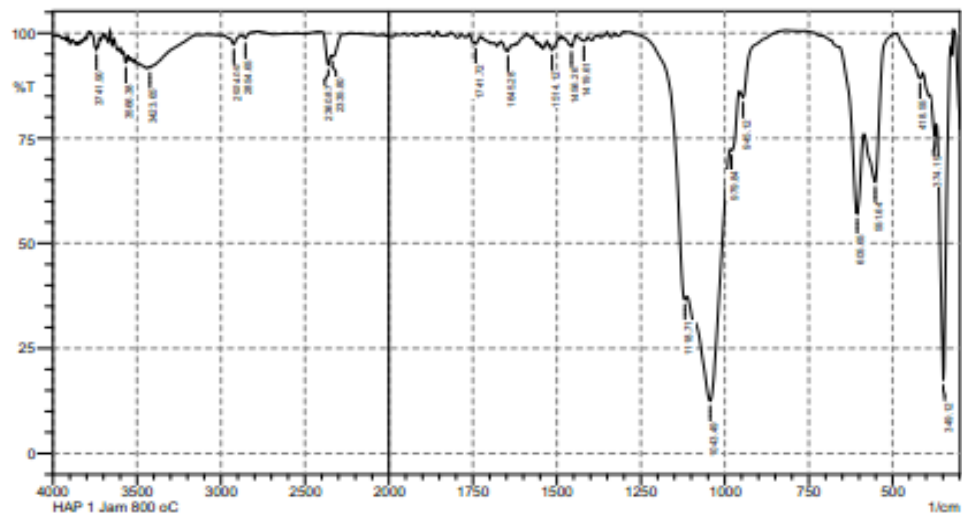
Data Process Condition

Smoothing [AUTO]
smoothing points : 13
B.G.Substruction [AUTO]
sampling points : 15
repeat times : 30
Kal-a2 Separate [MANUAL]
Kal a2 ratio : 50 (%)
Peak Search [AUTO]
differential points : 13
FWHM threhold : 0.050 (deg)
intensity threhold : 30 (par mil)
FWHM ratio (n-1)/n : 2
System error Correction [NO]
Precise peak Correction [NO]

< Group: Standard Data: bar#flo#3#400 >



Lampiran 40. Hasil FTIR HAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C

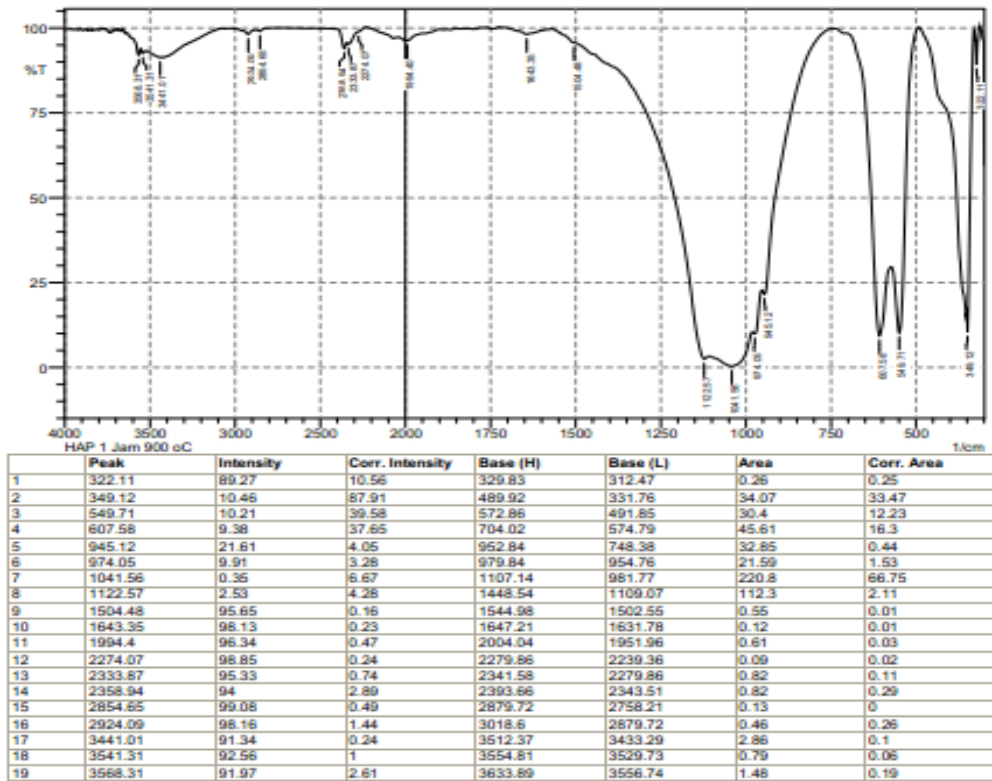


Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	349.12	17.43	68.84	368.4	325.97	12.24
2	374.19	75.7	4.07	387.69	370.33	1.76
3	418.55	89.25	1.95	432.05	410.84	0.96
4	551.64	64.64	19.62	584.43	489.92	7.53
5	605.65	57.06	23.36	682.8	586.36	8.66
6	945.12	84.73	2.4	954.76	821.68	2.02
7	979.84	72.14	1.23	981.77	956.69	2.76
8	1043.49	12.48	36.2	1087.85	983.7	55.95
9	1118.71	36.63	3.18	1257.59	1112.93	14.55
10	1419.61	98.12	0.38	1423.47	1408.04	0.11
11	1456.26	96.77	1.24	1462.04	1442.75	0.18
12	1514.12	95.97	1.68	1519.91	1494.83	0.32
13	1645.28	95.73	0.57	1649.14	1633.71	0.25
14	1741.72	97.47	0.81	1747.51	1728.22	0.16
15	2335.8	94.44	0.69	2341.58	2277.93	0.88
16	2360.87	92.46	4.17	2393.66	2343.51	1.02
17	2854.65	98.82	0.78	2877.79	2777.5	0.08
18	2924.09	97.34	1.67	2951.09	2877.79	0.49
19	3423.65	91.79	0.29	3431.36	3406.29	0.91
20	3566.38	92.95	2.05	3579.88	3554.81	0.69
21	3741.9	96.08	3.25	3770.84	3720.69	0.5

Comment;
HAP 1 Jam 800 oC

Date/Time; 2/22/2017 3:43:19 PM
No. of Scans;
Resolution;
Apodization;

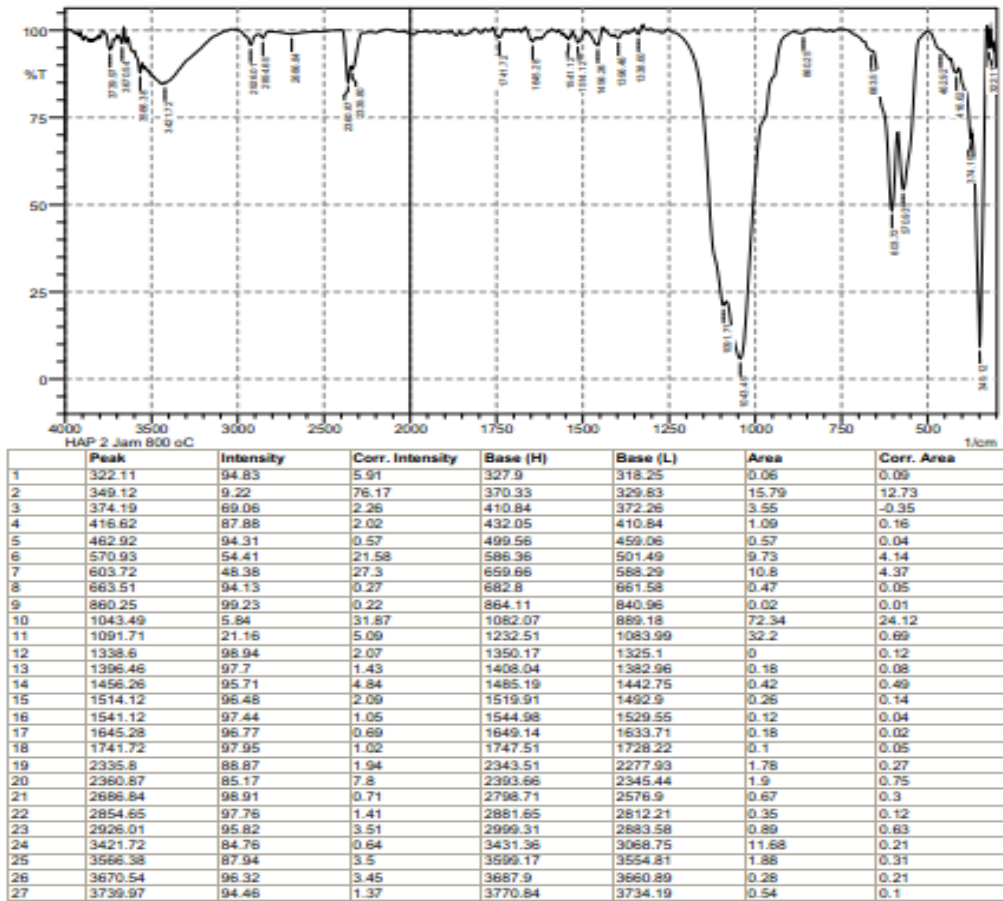
Lampiran 41. Hasil FTIRHAp untuk Waktu Pengadukan 1 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C



Comment:
HAP 1 Jam 900 oC

Date/Time: 2/22/2017 2:47:09 PM
No. of Scans;
Resolution;
Amplification;

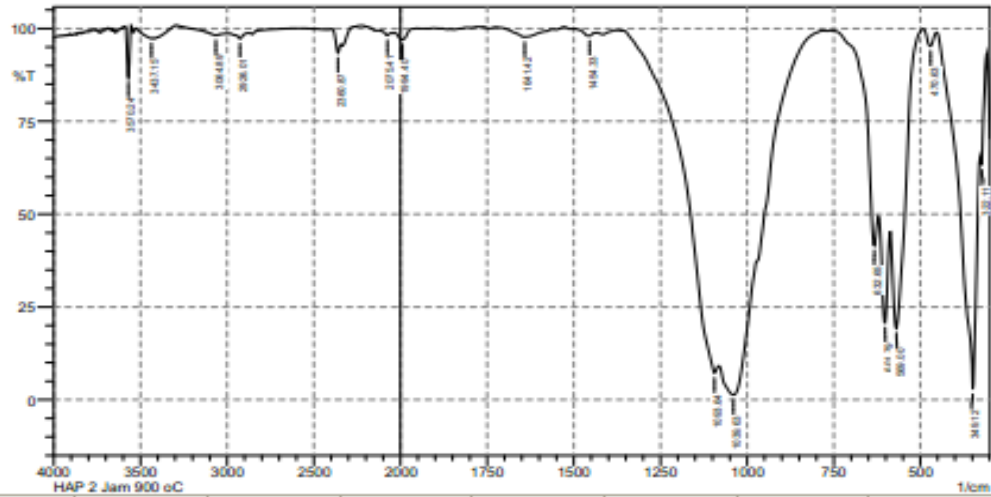
Lampiran 42. Hasil FTIRHAP untuk Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C



Comment;
HAP 2 Jam 800 oC

Date/Time: 2/22/2017 3:53:09 PM
No. of Scans;
Resolution;
Apodization;

Lampiran 43. Hasil FTIRHap pada Waktu Pengadukan 2 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C

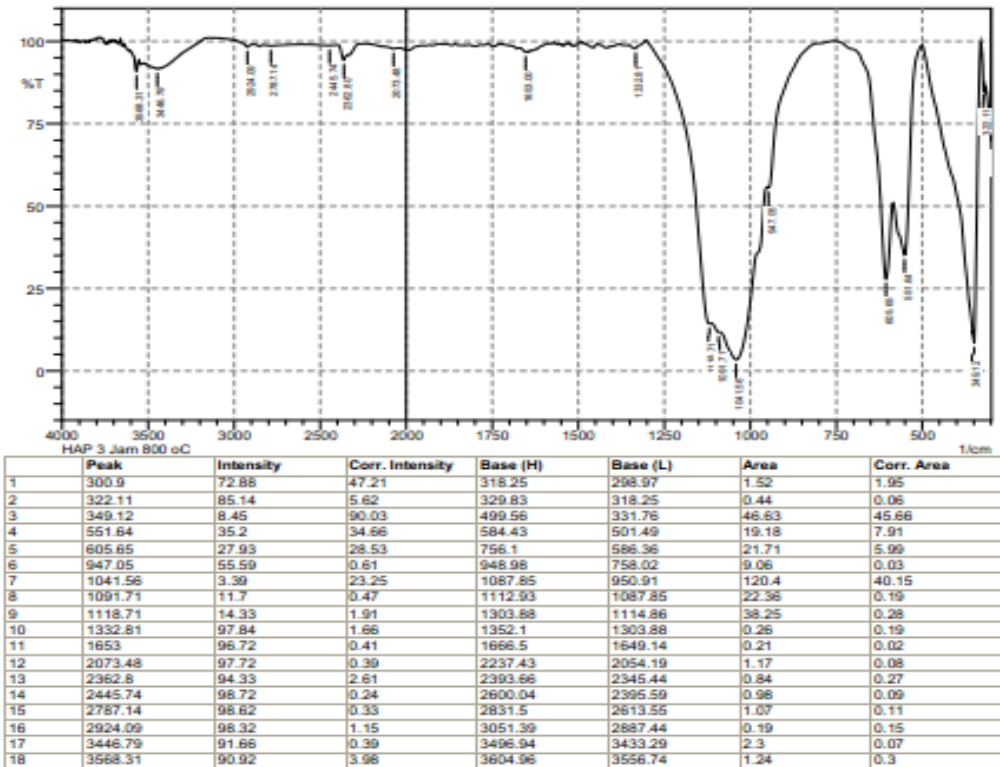


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	322.11	83.24	10.81	327.9	310.54	2.15	0.37
2	349.12	2.8	66.55	451.34	329.83	42.15	29.81
3	470.63	95.3	4.03	491.85	453.27	0.45	0.34
4	589	19.31	38.12	586.38	493.78	24.82	10.96
5	601.79	20.79	26.05	619.15	588.29	15.38	5.23
6	632.65	41.6	12.18	750.31	621.08	12.53	1.27
7	1039.63	1.35	20.2	1080.14	786.96	145.3	38.16
8	1093.64	7.25	5.82	1357.89	1082.07	77.98	1.78
9	1454.33	98.01	1.07	1485.19	1440.83	0.26	0.11
10	1641.42	97.68	2.38	1716.65	1562.34	0.73	0.76
11	1994.4	97.09	2.37	2034.9	1953.89	0.54	0.34
12	2075.41	98.18	0.83	2127.48	2052.26	0.37	0.09
13	2360.87	93.45	3.73	2391.73	2343.51	0.84	0.35
14	2926.01	97.25	1.14	2949.16	2875.86	0.6	0.13
15	3064.89	98.17	0.83	3294.42	3016.67	0.7	0.36
16	3437.15	97.34	0.21	3527.8	3431.36	0.68	0.12
17	3570.24	86.77	13.84	3585.67	3554.81	0.94	1.02

Comment;
HAP 2 Jam 900 oC

Date/Time; 2/22/2017 2:33:37 PM
No. of Scans;
Resolution;
Apodization;

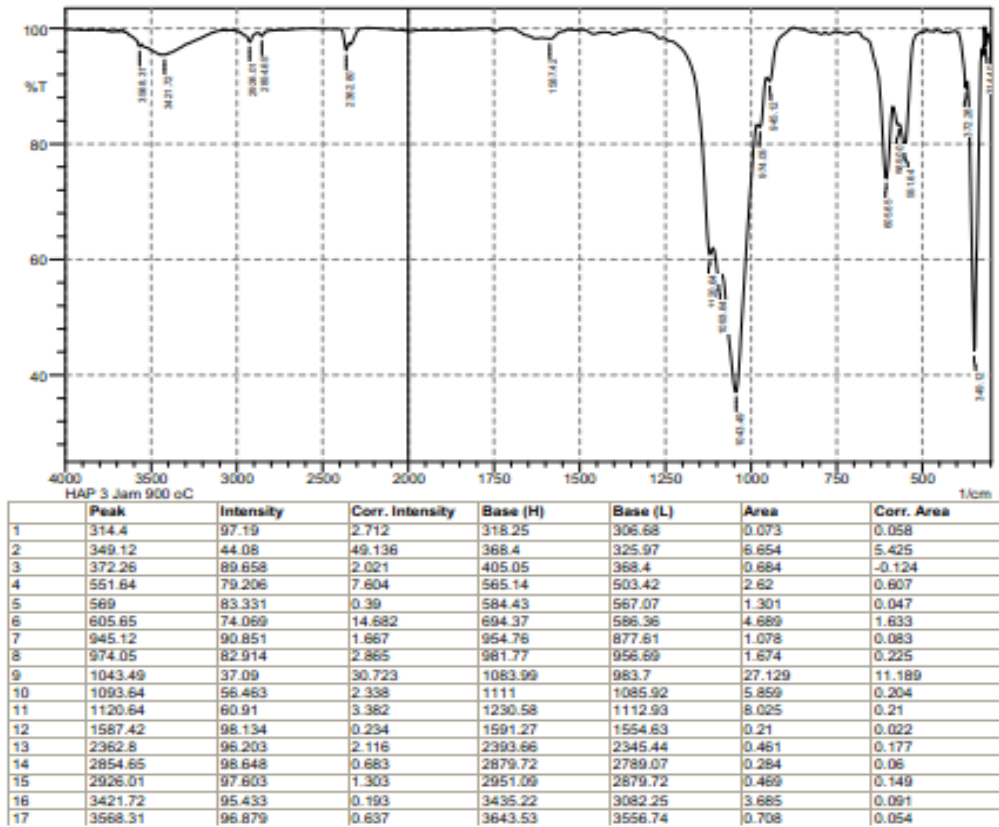
Lampiran 44. Hasil FTIRHap pada Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 800 °C



Comment:
HAP 3 Jam 800 oC

Date/Time; 2/22/2017 3:03:29 PM
No. of Scans;
Resolution;
Apodization;

Lampiran 45. Hasil FTIRHap pada Waktu Pengadukan 3 Jam dengan Suhu Sinter 900 °C



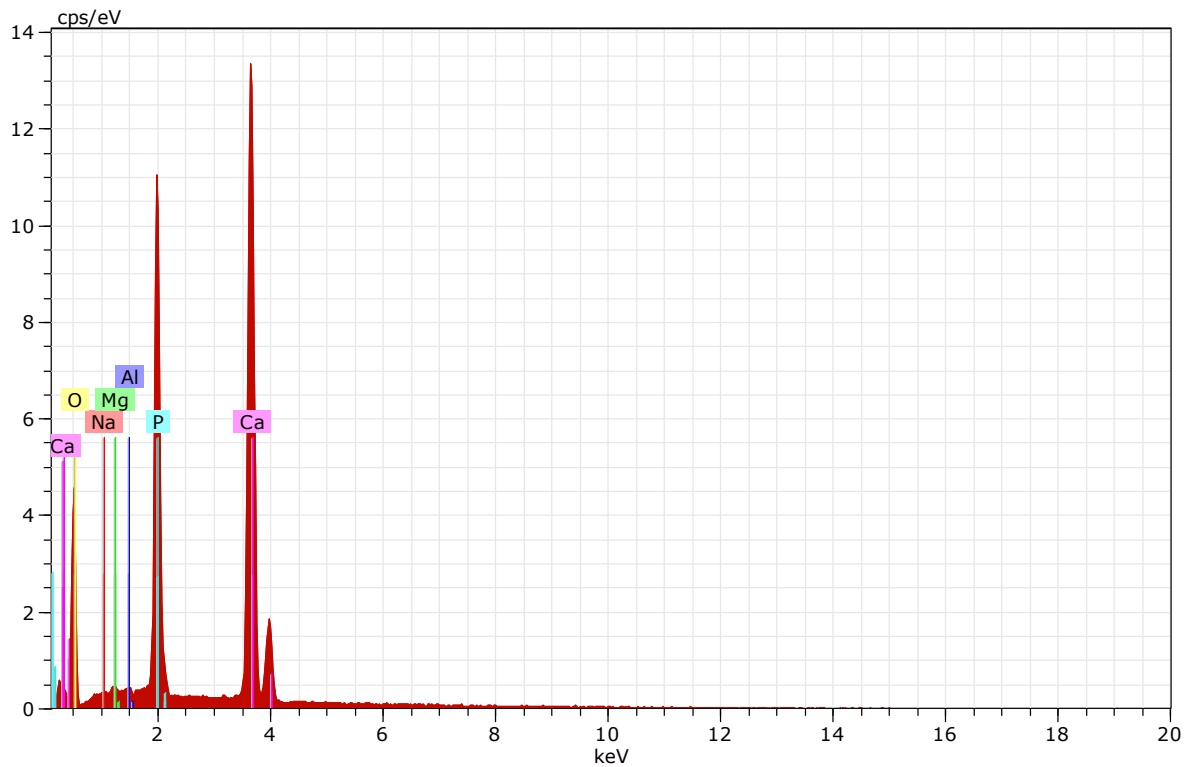
Comment;
HAP 3 Jam 900 oC

Date/Time; 2/22/2017 2:16:31 PM
No. of Scans;
Resolution;
Apodization;

Lampiran 46 Hasil SEM HAp Hasil Sintesis

HA

Tescan Vega 3SB / Fisika UNM



Spectrum: test

Element	unn.C [wt.%]	norm.C [wt.%]	Atom.C [at.%]	Compound	norm. Comp. [wt.%]	Error (3 Sigma) [wt.%]
Sodium	0.35	0.40	0.42	Na ₂ O	0.54	0.20
Magnesium	0.30	0.34	0.34	MgO	0.57	0.16
Aluminium	0.07	0.08	0.07	Al ₂ O ₃	0.15	0.10
Phosphorus	15.83	18.06	14.06	P ₂ O ₅	41.38	1.96
Calcium	35.94	40.99	24.66	CaO	57.36	3.29
Oxygen	35.18	40.12	60.45		0.00	15.43
Total:	87.67	100.00	100.00			