

# Pengaruh Variasi Suhu Sintering Terhadap Struktur Kristalin Hidroksiapatit Tulang Iga Sapi

Jihan Qothrunada<sup>1</sup>, Wayan Gede Suharta<sup>2\*</sup>, I Wayan Supardi<sup>3</sup>, Putu Suardana<sup>4</sup>, I Gde Antha Kasmawan<sup>5</sup>, I Nengah Artawan<sup>6</sup>, Djoko Hadi Prajitno<sup>7</sup>

<sup>1,2,3,4,5,6</sup>Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Udayana, Kabupaten Badung, Bali, Indonesia

<sup>7</sup>Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan, Badan Atom Nuklir Indonesia, Bandung, Indonesia

Received: 18 July 2023  
Revised: 28 August 2023  
Accepted: 31 August 2023

Corresponding Author:  
Wayan Gede Suharta  
[gede\\_suharta@unud.ac.id](mailto:gede_suharta@unud.ac.id)

© 2023 Kappa Journal is licensed  
under a Creative Commons  
Attribution-NonCommercial-  
ShareAlike 4.0 International License



DOI:  
<https://doi.org/10.29408/kpj.v7i2.20840>

**Abstract:** A study entitled "The Effect of Sintering Temperature Variations on the Crystalline Structure of Bovine Bone Hydroxyapatite" has been carried out. The aim of this research is to understand how the sintering temperature influences the hydroxyapatite lattice parameters and to understand how the sintering temperature influences the volume and density of hydroxyapatite. The synthesis process begins with a calcination at 300 °C for one hour, followed by a sintering process with varying temperatures, namely 600 °C, 700 °C and 800 °C for samples A, B and C, respectively. To determine the hydroxyapatite content in the samples, then characterization using XRD was carried out. XRD results analysis was carried out using match3 and Rietica software. Identification results using match3 software obtained the presence of hydroxyapatite compounds and impurity compounds in the form of (Calcium trimagnesium carbonate huntite, Fluorine, Magnesium Hydrogensulfate Hydrate, Sassolite, Zemannite). The volume fraction of hydroxyapatite obtained in this study ranged from 68.6 – 82.8%. The higher the sintering temperature, the greater the volume fraction of hydroxyapatite. The Refinement results show that the higher the sintering temperature, the smaller the value of the lattice parameters in the direction of the a and c axes. Variations in sintering temperature also affect the resulting unit cell volume and density. The higher the sintering temperature, the smaller the unit cell volume, conversely the greater the unit cell density value.

**Keywords:** Hydroxyapatite, Bovine bone. X-Ray Diffraction, Match3, Rietica, Lattice parameters, Cell volume, Density.

## Pendahuluan

Tulang merupakan salah satu bagian tubuh manusia yang memiliki peran sangat penting karena berfungsi sebagai dukungan, perlindungan, pemindahan, penyimpanan mineral, dan pembentukan sel darah. Dalam kasus patah tulang yang besar, untuk membantu proses penyembuhan fraktur tulang, salah satu strateginya adalah dengan memberikan bahan implant tulang yang bersifat sementara dan sering dalam bentuk *bone scaffold* (berbentuk bulk) atau pun *bone graft* (pelat tipis). Material *bone graft* dapat diambil

dari tubuh pasien sendiri (*autograft*), dari tubuh pasien lain yang memiliki hubungan keluarga dekat (*allograft*), atau pun dari hewan (*xenograft*). Namun, secara klinis ketiga strategi di atas memiliki berbagai kekurangan, diantaranya: *autograft* akan menimbulkan rasa sakit yang berlebihan karena perlakuan operasi tulang pada dua tempat yang berbeda, sedangkan *allograft* dan *xenograft* sering memberikan efek penolakan (*rejection*) pada tubuh pasien (Wahyudi, 2019).

Salah satu bahan yang digunakan untuk implant tulang adalah biokeramik. Biokeramik terdiri dari

## How to Cite:

Qothrunada, J., Suharta, W. G., Supardi, I. W., Suardana, P., Kasmawan, I. G. A., Artawan, I. N., & Prajitno, D. H. (2023). Pengaruh Variasi Suhu Sintering Terhadap Struktur Kristalin Hidroksiapatit Tulang Iga Sapi. *Kappa Journal*, 7(2), 336-342. <https://doi.org/10.29408/kpj.v7i2.20840>

bioinert (alumina, zirconia), bioresorbable (tri calcium fosfat), bioaktif (hidroksiapatit, bioactive glasses dan glass ceramics), serta keramik yang memiliki pori digunakan untuk jaringan yang masih tumbuh (lapisan hidroksiapatit dan lapisan bioglass pada bahan metalik) (Pu'ad 2019, Sadat-Shojai 2013). Salah satu keunggulan dari bahan biokeramik adalah sifat biokompatibilitas yang baik, tidak mengandung racun, tidak memicu alergi atau radang, dan tahan lama.

Hidroksiapatit (HAP) yang merupakan salah satu bahan keramik bioaktif dapat diperoleh dari sumber alami maupun sintetis. Bahan HAP alami yang mulai dikembangkan yaitu koral, kerang, tulang sapi, cangkang telur. Bahan tersebut berperan sebagai sumber kalsium dimana sebagian besar kandungan yang terdapat pada bahan tersebut adalah kalsit (kalsium karbonat,  $\text{CaCO}_3$ ). Sedangkan HAP sintetis dapat diperoleh dengan mereaksikan senyawa yang mengandung precursor kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) dengan precursor fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) (Sadat-Shojai dkk, 2013).

Namun demikian, selama sepuluh tahun terakhir, banyak peneliti yang melakukan sintesis HAP dari bahan alami karena hidroksiapatit dari bahan alami memiliki sifat fisikokimia yang lebih baik dari HAP sintetis (Shojai dkk, 2013).

Hidroksiapatit memiliki kemiripan dengan komponen mineral anorganik tulang dan gigi karena sekitar 65% mineral anorganik tulang tersusun atas HAP (Suci, 2020, Pokhrel 2018). Hidroksiapatit termasuk senyawa kalsium fosfat terdiri dari gabungan dua senyawa garam trikalsiumfosfat dengan kalsium hidroksida (Jamillah, 2019). Hidroksiapatit memiliki sifat *biocompatible*, *bioactive*, *bioresorbable*. Pelapis hidroksiapatit tidak hanya menjadikan implant yang dilapisinya tersebut biokompatibel dengan tubuh tetapi juga membantu proses perkembangan sel-sel tulang di sekitarnya. Kualitas HAP sangat bergantung pada semua karakteristik serbuk hasil sintesis. Karakteristik yang dimaksud antara lain ukuran partikel, homogenitas, stoikiometri, kristalinitas dan morfologi permukaan yang berkaitan dengan sifat bioaktif dari Hidroksiapatit (Sadat-Shojai 2013, Kong 2015). Fase amorfus dibutuhkan agar mudah larut pada cairan tubuh. Disisi lain, kebanyakan sel akan lebih terserap dan berkembang baik pada fase kristalin jika dibandingkan saat fase nya amorf (Jamillah, 2015).

HAP stoikiometrik terdiri dari kalsium dan fosfor dengan perbandingan Ca/P sama dengan 1,67. Perbandingan tersebut telah terbukti paling efektif dalam meregenerasi tulang. HAP alami bersifat non-stoikiometrik dan umumnya kekurangan kalsium atau fosfor (Jonathan, 2020) Kekosongan posisi kalsium merupakan hal paling sering terjadi pada HAP alami, dimana kation seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Al}^{3+}$  terdistribusi pada posisi kalsium, sedangkan ion karbonat bisa

menempati posisi ion fosfat, sementara ion fluoride mengganti ion hidroksil (Boskey, 2013)

Senyawa kalsium fosfat dalam tulang memiliki karakteristik kristalinitas rendah yang disebabkan oleh kehadiran ion asing  $\text{Na}^+$ ,  $\text{H}^+$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Sr}^{2-}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$  yang masuk ke dalam kisi kristal atau hanya berada pada permukaan kisi kristal (10). Kalsium fosfat terdapat dalam dua bentuk yaitu fase amorf dan fase Kristal. Senyawa kalsium fosfat kristal sintetis mempunyai 4 fase, yaitu  $\text{CaHPO}_4$  (*dicalcium phosphate dehydrate* atau disingkat DCPD),  $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6$  (*octacalcium phosphate* atau disingkat OCP),  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_2$  (*hidroksiapatit* atau disingkat HAP). Hidroksiapatit merupakan Kristal paling stabil dibandingkan 3 fase lainnya (Akram 2014, Milovac 2014, Wibisono 2017, Pu'ad 2019)

Penelitian terkait peningkatan kualitas Hidroksiapatit telah banyak dilakukan, seperti penambahan unsur tertentu maupun penggunaan berbagai metode sintesis. Penelitian oleh Balamurugan dan kawan-kawan telah menambahkan 3-5% mol silikon (Si-HAP) dan hasilnya mampu meningkatkan kepadatan pertumbuhan sel serta meningkatkan pertumbuhan osteoblast (Balamurugan, 2008).

Penelitian oleh Capuccini dan kawan-kawan menunjukkan bahwa penambahan 1-10% ion strontium dalam HAP sintetis meningkatkan aktivitas dan diferensiasi osteoblast dan juga menghambat proliferasi dan produksi osteoklas (Arif, 2020)

Barakat, dan kawan-kawan menggunakan metode hidrolisis alkali hidrotermal untuk mengekstraksi HAP dari tulang sapi. HAP dipanaskan pada suhu  $250^\circ\text{C}$  selama 5 jam yang menghasilkan nano-HAP dengan perbandingan Ca/P sebesar 1,86 (Jonathan, 2020)

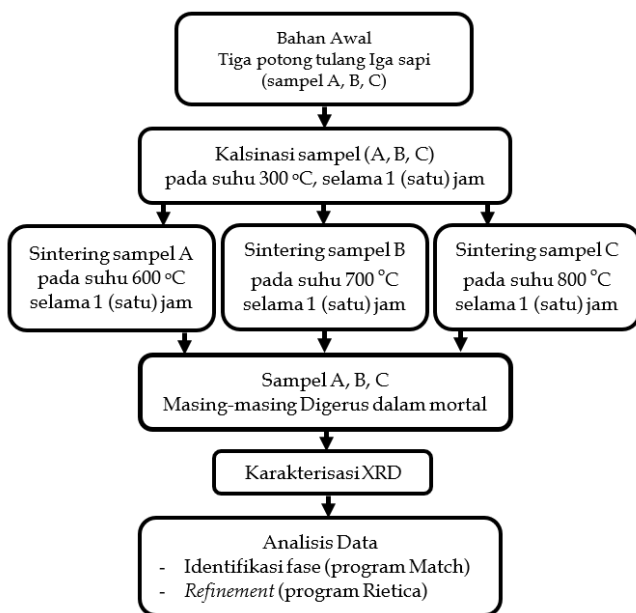
Hosseinzadeh dan kawan-kawan juga telah mengekstraksi HAP menggunakan metode dekomposisi termal, dimana sampel dipanaskan pada dua suhu berbeda ( $750^\circ\text{C}$  dan  $850^\circ\text{C}$ ) selama 6 jam. HAP terbentuk dengan dua ukuran partikel, yaitu partikel halus (lebih kecil dari  $420\ \mu\text{m}$ ) dan partikel kasar ( $420-500\ \mu\text{m}$ ) untuk masing-masing suhu  $750^\circ\text{C}$  dan  $850^\circ\text{C}$ . Dari hasil XRD, serbuk tulang yang dipanaskan pada suhu  $750^\circ\text{C}$  menunjukkan HAP murni sedangkan pada suhu  $850^\circ\text{C}$  merupakan kombinasi antara  $\beta$ -trikalsium fosfat ( $\beta$ -TCP) dan HAP. Perbandingan Ca/P dari sampel yang dipanaskan pada  $850^\circ\text{C}$  kurang dari 1,5 (Hosseinzadeh, 2014)

Pada penelitian ini dilakukan proses sintesis HAP dari tulang iga sapi menggunakan metode solid state reaction atau metode reaksi padatan untuk mengetahui perkembangan perubahan struktur kristal dan prosentase fraksi volume HAP yang terbentuk dengan pemberian variasi suhu sintering.

## Metode

Pada penelitian ini, bahan yang digunakan untuk pembuatan senyawa Hidroksiapatit (HAp) adalah tulang iga sapi yang berasal dari sampah rumah tangga. Proses sintesis Hidroksiapatit dilakukan dengan metode reaksi padatan (solid state reaction) dengan variasi suhu sintering. Peralatan *furnace* yang digunakan pada penelitian adalah tipe VT6060. Langkah-langkah penelitian adalah sebagai berikut: 1) Mula-mula siapkan 3 potong sampel tulang iga sapi yang sudah dibersihkan dan dikeringkan; 2) Masing-masing sampel tulang iga sapi dinamakan sampel A, B dan C diletakkan pada *ceramic boat* dan di kalsinasi pada suhu 300 °C dalam *furnace* selama 1 (satu) jam; 3) Setelah itu dilakukan proses sintering pada variasi suhu: 1) suhu 600 °C untuk sampel A, 2) suhu 700 °C untuk sampel B dan suhu 800 °C untuk sampel C, masing-masing selama 1 (satu) jam; 4) Semua sampel (A, B dan C) hasil proses sintering, masing-masing digerus dengan menggunakan mortal sampai diperoleh sampel dalam bentuk serbuk; 5) Karakterisasi dengan X-ray Diffraction (XRD); 6) Identifikasi fase menggunakan program Match; 7) *Refinement* menggunakan program Rietica.

Alur pelaksanaan penelitian digambarkan dalam diagram alir (*flow chart*) yang ditunjukkan pada Gambar 1.



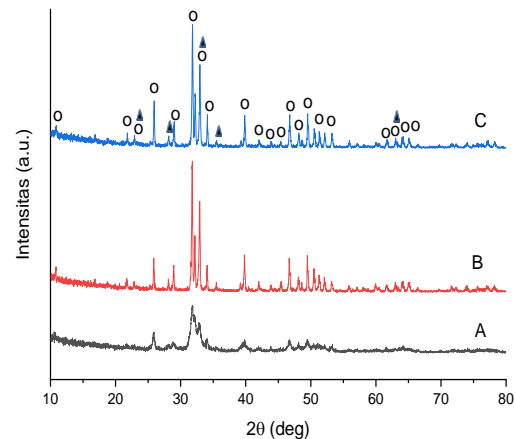
**Gambar 1.** Diagram alir proses sintesis Hidroksiapatit

## Hasil dan Pembahasan

### Hasil karakterisasi XRD

Sampel dalam bentuk serbuk di karakterisasi dengan X-ray diffraction (XRD) PANalytical tipe X'Pert PRO. Hasil karakterisasi XRD berupa data posisi atau

sudut pada setiap puncak, data *Heights* setiap puncak, data FWHM (*Full Width Half Maximum*), jarak antar puncak (*d-spacing*) dan intensitas relatif (*Rel. Int.*). Berdasarkan data numerik yang diperoleh, maka dapat dibuatkan grafik spektrum sampel dengan perlakuan suhu sintering 600, 700, dan 800 °C yang dinyatakan sebagai sampel A, B, dan C, seperti diperlihatkan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Hasil karakterisasi XRD sampel A (600 °C), B (700 °C), dan C (800 °C). Simbol o adalah Hidroksiapatit dan simbol Δ adalah impuritas

Secara umum hasil karakterisasi XRD memperlihatkan spektrum dengan puncak halus dan tajam yang mengindikasikan bahwa kristalisasi sudah terjadi dengan sempurna, khususnya untuk sampel B dan C. Sampel B dan C yang diberi perlakuan suhu sintering masing-masing 700 dan 800 °C sudah memperlihatkan pemisahan spektrum dengan sempurna. Sebaliknya untuk sampel A yang diberi perlakuan suhu sintering 600 °C masih memperlihatkan beberapa spektrum saling tumpang tindih (*overlap*). Hal tersebut mengindikasikan bahwa suhu sintering sebesar 600 °C belum optimal untuk pembentukan senyawa Hidroksiapatit.

Intensitas tertinggi untuk sampel A (600 °C) adalah sebesar 158.57 cps dan berada pada sudut  $2\theta = 31.7908^\circ$ . Intensitas tertinggi untuk sampel B (700 °C) adalah sebesar 158.57 cps dan berada pada sudut  $2\theta = 31.8181^\circ$ . Intensitas tertinggi untuk sampel C (800 °C) adalah sebesar 158.57 cps dan berada pada sudut  $2\theta = 31.7663^\circ$ . Data posisi spektrum, intensitas tertinggi, FWHM, *d-spacing* dan *Rel. Int.* untuk setiap sampel diperlihatkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Data posisi spektrum, intensitas tertinggi, FWHM, *d-spacing* dan *Rel. Int*

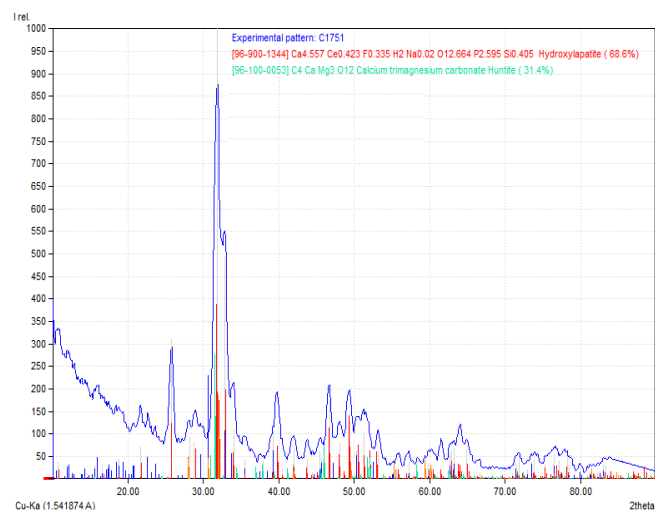
Sampel pada suhu	Pos ( $^{\circ}2\theta$ )	Heights (cps)	FWHM ( $^{\circ}2\theta$ )	<i>d-spacing</i> ( $\text{\AA}$ )	Rel. Int. (%)
600 $^{\circ}\text{C}$	31.7908	158.57	0.2362	2.81485	100.00
700 $^{\circ}\text{C}$	31.8181	444.18	0.1574	2.81250	100.00
800 $^{\circ}\text{C}$	31.7663	456.84	0.1181	2.81696	100.00

**Hasil analisis menggunakan software Match3!**

Berdasarkan pola difraksi sinar-X pada Grafik, maka dilakukan analisa secara kualitatif yaitu dengan identifikasi fasa kristalin sampel yang didasarkan pada penyesuaian posisi puncak difraksi yang terukur dengan database (*peak list*) yang ada. Penyesuaian puncak difraksi dan database ini dilakukan dengan menggunakan *Match* Versi 3.

**Hasil analisis sampel pada suhu 600  $^{\circ}\text{C}$** 

Hasil identifikasi sampel A (600  $^{\circ}\text{C}$ ) secara keseluruhan diketahui terdapat dua kandungan fasa Hidroksiapatit dengan fraksi volume 68.8 % dan fasa impuritas *Calcium trimagnesium carbonate Huntite* dengan fraksi volume sebesar 31.4 %. Hasil analisis menggunakan *Match* Versi 3 diperlihatkan pada Gambar 3, dan data secara lengkap diperlihatkan pada Tabel 2.

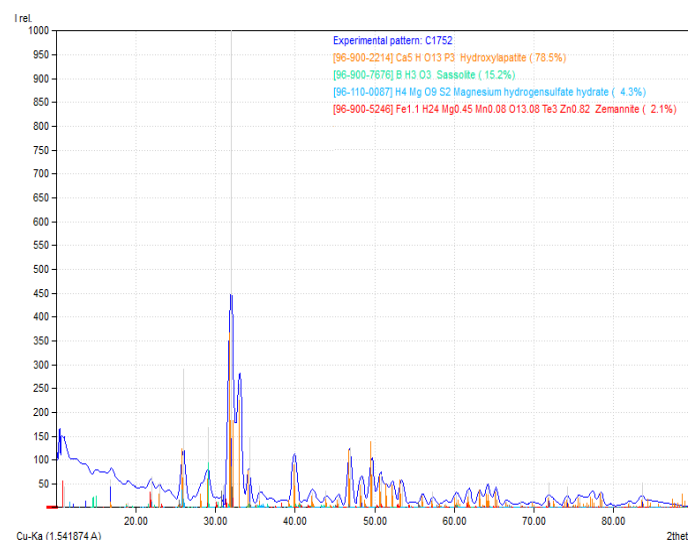
**Gambar 3.** Hasil Match3! dari sampel pada suhu 600  $^{\circ}\text{C}$ .**Tabel 2.** Hasil analisis fasa sampel suhu 600  $^{\circ}\text{C}$  pada *Software Match3!*

Indeks	Fraksi Volume (%)	Nama	Rumus Senyawa	Nomer Entry
A	68.6	<i>Hidroxyapatite</i>	$\text{Ca}_{4.557}\text{Ce}_{0.423}\text{F}_{0.335}\text{H}_2\text{Na}_{0.02}\text{O}_{12.664}\text{P}_{2.595}\text{Si}_{0.405}$	96-900--1344
B	31.4	<i>Calcium trimagnesium carbonate Huntite</i>	$\text{C}_4\text{CaMg}_3\text{O}_{12}$	96-100--0053

Hasil identifikasi fasa pertama yaitu *Hydroxylapatite* ( $\text{Ca}_{4.557}\text{Ce}_{0.423}\text{F}_{0.335}\text{H}_2\text{Na}_{0.02}\text{O}_{12.664}\text{P}_{2.595}\text{Si}_{0.405}$ ) dengan nomer entry 96-900-1344, struktur kristalin *hexagonal* dengan grup ruang P 63/m. Fasa impuritas yang terdeteksi adalah senyawa *Calcium Trimagnesium Carbonate Huntite* dengan nama formula ( $\text{C}_4\text{CaMg}_3\text{O}_{12}$ ) dengan nomer entry 96-100-0053 dengan struktur kristalin trigonal (*hexagonal axes*) dan grup ruang R 32.

**Hasil analisis sampel pada suhu 700  $^{\circ}\text{C}$** 

Hasil analisis secara keseluruhan diketahui terdapat dua kandungan fasa yang pada sampel seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 dan Tabel 3.

**Gambar 4.** Hasil match3! dari sampel suhu 700  $^{\circ}\text{C}$ .

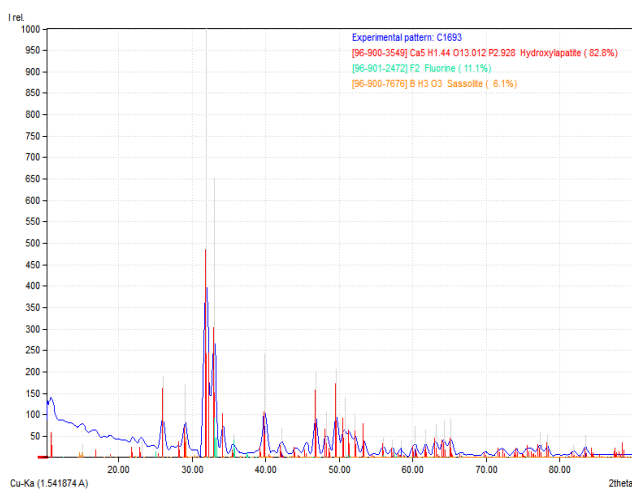


**Tabel 3.** Hasil analisis fasa sampel pada suhu 700 °C pada *Software Match3!*

Indeks	Fraksi Volume (%)	Nama	Rumus Senyawa	Nomer Entry
A	78.5	<i>Hydroxylapatite</i>	$\text{Ca}_5\text{HO}_{13}\text{P}_3$	96-900-2214
B	15.2	<i>Sassolite</i>	$\text{BH}_3\text{O}_3$	96-900-7676
C	4.3	<i>Magnesium Hydrogensulfate Hydrate</i>	$\text{H}_4\text{MgO}_9\text{S}_2$	96-110-0087
D	2.1	<i>Zemannite</i>	$\text{Fe}_{1.1}\text{H}_{24}\text{Mg}_{0.45}\text{Mn}_{0.08}\text{O}_{13.08}\text{Te}_3\text{Zn}_{0.82}$	96-900-5246

Hasil identifikasi fasa pertama yaitu *Hydroxylapatite* ( $\text{Ca}_5\text{HO}_{13}\text{P}_3$ ) dengan nomer entry 96-900-2214, struktur kristalin *hexagonal* dengan grup ruang P 63/m. Fasa impuritas yang terdeteksi adalah sebanyak tiga senyawa, yang pertama *Sassolite* dengan nama formula ( $\text{BH}_3\text{O}_3$ ) dengan nomer entry 96-900-7676 dengan struktur kristalin *triclinic (anorthic)* dan grup ruang P -1. Kedua, yaitu *Magnesium Hydrogensulfate Hydrate* dengan nama formula ( $\text{H}_4\text{MgO}_9\text{S}_2$ ) dengan nomer entry 96-110-0087, struktur kristalin *monoclinic* dengan grup ruang P 1 21 /n 1 dan ketiga adalah *Zemannite* dengan nama formula ( $\text{Fe}_{1.1}\text{H}_{24}\text{Mg}_{0.45}\text{Mn}_{0.08}\text{O}_{13.08}\text{Te}_3\text{Zn}_{0.82}$ ) dengan nomer entry 96-900-5246, dengan struktur kristalin *hexagonal* dan grup ruang P 63/m.3.2.3. Hasil analisis sampel pada suhu 800 °C

Hasil analisis secara keseluruhan diketahui terdapat dua kandungan fasa yang pada sampel seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5 dan Tabel 4.

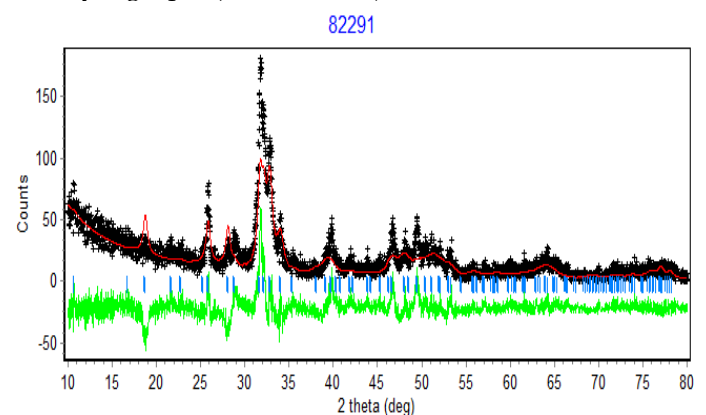
**Gambar 5.** Hasil match3! dari sampel suhu 800 °C.**Tabel 4.** Hasil analisis fasa sampel pada suhu 800 °C pada *Software Match3!*

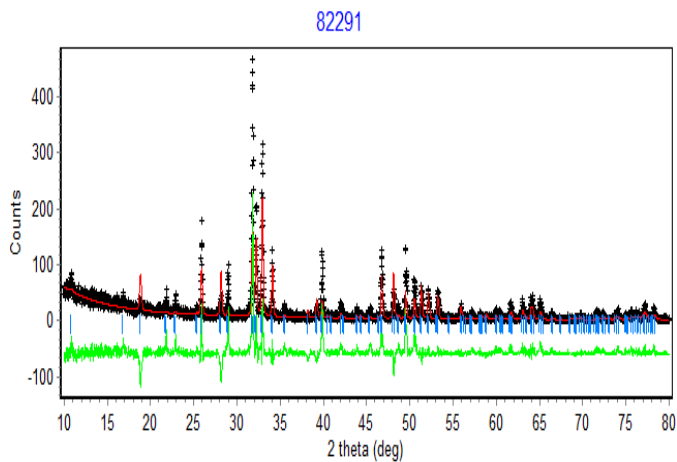
Indeks	Fraksi Volume (%)	Nama	Rumus Senyawa	Nomer Entry
A	82.8	<i>Hydroxylapatite</i>	$\text{Ca}_5\text{H}_{1.44}\text{O}_{13.012}\text{P}_{2.928}$	96-900-3549
B	11.1	<i>Fluorine</i>	$\text{F}_2$	96-901-2472
C	6.1	<i>Sassolite</i>	$\text{BH}_3\text{O}_3$	96-900-7676

Hasil identifikasi fasa pertama yaitu *Hydroxylapatite* ( $\text{Ca}_5\text{H}_{1.44}\text{O}_{13.012}\text{P}_{2.928}$ ) dengan nomer entry 96-900-3549, struktur kristalin *Hexagonal* dan grup ruang P 63/m. Fasa impuritas yang terdeteksi adalah sebanyak dua senyawa, yang pertama *Fluorine* dengan nama formula ( $\text{F}_2$ ) dengan nomer entry 96-901-2472 dengan struktur kristalin *monoclinic* dan grup ruang C 1 2/m 1. Kedua, yaitu *Sassolite* dengan nama formula ( $\text{BH}_3\text{O}_3$ ) dengan nomer entry 96-900-7676 dengan struktur kristalin *triclinic (anorthic)* dan grup ruang P -1.

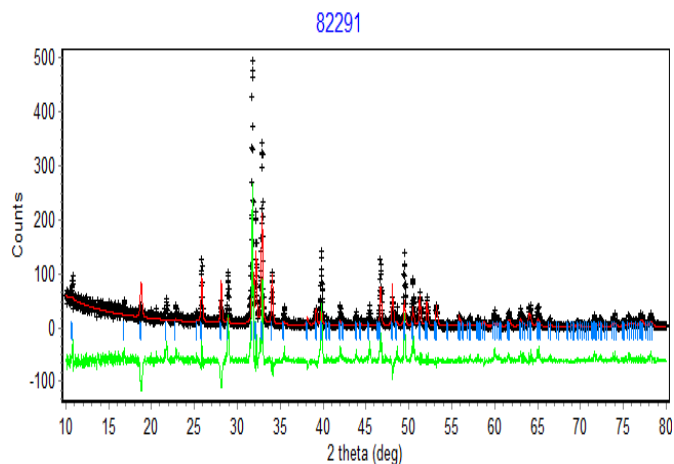
#### Hasil analisis menggunakan software Rietica

Analisis struktur kristal dilakukan dengan *Refinement* menggunakan *software* Rietica yang bertujuan untuk menentukan nilai parameter kisi, volume sel, kerapatan, reliabilitas dan *goodness-of-fit* (GoF) masing-masing sampel. Hasil *Refinement* sampel A, B dan C masing-masing diperlihatkan pada Gambar 6, 7 dan 8 yang menunjukkan kesesuaian nilai intensitas puncak dan sudut  $2\theta$  antara spektrum sampel dengan spektrum referensi. Kurva dengan warna hitam (+) menyatakan spektrum sampel, kurva berwarna merah menyatakan referensi dan kurva berwarna hijau menyatakan selisih antara spektrum sampel dengan referensi. Kesesuaian tersebut menunjukkan bahwa data intensitas pengamatan dan perhitungan memiliki faktor skala yang tepat (Amirul, 2019).

**Gambar 6.** Plot sampel suhu 600 °C dari *software* Rietica.



**Gambar 7.** Plot sampel suhu 700 °C dari software Rietica.



**Gambar 8.** Plot sampel suhu 800 °C dari software Rietica.

Nilai parameter kisi untuk semua sampel dari hasil *Refinement* diperlihatkan pada Tabel 5. Dari data tersebut, terlihat bahwa semakin tinggi suhu sintering yang diberikan pada sampel maka, nilai parameter kisi ke arah sumbu-a dan b menurun dari suhu 600 °C ke suhu 700 dan 800 °C. Sementara, nilai parameter kisi ke arah sumbu-a dan b dari suhu 700 °C ke 800 °C terjadi kenaikan yang tidak signifikan. Hal tersebut menandakan bahwa terjadi titik jenuh di daerah suhu tersebut. Peningkatan suhu sintering tersebut juga berpengaruh terhadap parameter kisi ke arah sumbu-c, dimana nilai parameter kisi menurun dengan peningkatan suhu sintering. Hal yang sama terjadi titik jenuh antara suhu 700 °C dan 800 °C.

Hasil nilai volume sel satuan menurun dengan peningkatan suhu sintering, sedangkan nilai kerapatan sel satuannya meningkat. Data nilai volume dan kerapatan sel satuan untuk semua sampel diperlihatkan pada Tabel 6.

**Tabel 5.** Nilai parameter kisi pada kristalin Hidroksiapatit tulang iga sapi hasil *Refinement*.

Sampel	a(Å)	b(Å)	c(Å)
600 °C	9.435368(1)	9.435369(2)	6.880915(4)
700 °C	9.415616(4)	9.415616(4)	6.877283(5)
800 °C	9.418495(3)	9.418495(3)	6.878073(7)

**Tabel 6.** Nilai volume sel dan kerapatan pada kristalin Hidroksiapatit tulang iga sapi hasil *Refinement*.

Sampel	Volume Sel (Å <sup>3</sup> )	Kerapatan (g/cm <sup>2</sup> )
600 °C	530.511108(0)	6.575
700 °C	528.013367(5)	6.606
800 °C	528.397095(2)	6.601

Nilai reliabilitas dan *goodness-of-fit* (GoF) diperlihatkan pada Tabel 7. Dari data hasil *Refinement* terlihat bahwa nilai reliabilitas berada di atas 20% sedangkan nilai GoF nya berada dibawah 4%. Hal ini mengisyaratkan bahwa kesesuaian atau kecocokan antara spektrum sampel dengan spektrum referensi dapat diterima. Hal tersebut, tertuang dalam ketentuan kristalografi, bahwa hasil *Refinement* bisa diterima apabila nilai GoF lebih kecil dari 4% (Kisi and Howard, 2012).

**Tabel 7.** Nilai reliabilitas (R) hasil *Refinement*.

Sampel	Rp (%)	Rwp (%)	Rexp (%)	GoF ( $\chi^2$ )
600 °C	25.28	32.61	22.26	2.1461
700 °C	31.49	40.82	23.24	3.0851
800 °C	33.92	43.84	23.11	3.5986

## Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan: 1) Nilai fraksi volume senyawa Hydroxyapatite untuk sampel yang diperlakukan suhu sintering 600, 700 dan 800 derajat, masing-masing adalah 68.6, 78.5 dan 82.8%; 2) Semakin tinggi suhu sintering maka nilai parameter kisi ke arah sumbu a dan c semakin kecil; 3) Semakin tinggi suhu sintering maka nilai volume sel satuan semakin kecil, sebaliknya nilai kerapatan sel satuan semakin besar.

## Ucapan Terimakasih

Penulis berterimakasih kepada direktur RSUP Sanglah Denpasar dan seluruh staff yang memberikan ijin penelitian dan membantu dalam pengambilan data. Kepada bapak dosen di Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Udayana atas bimbingan yang diberikan.

## Daftar Pustaka

- Markovic, M., Fowler, B.O. and Tung, M.S. 2004. Preparation and Comprehensive Characterization Of A Calcium Hydroxyapatite Reference Material. *Journal Of Research Of The National Institute Of Standards and Technology* 109(6), 553.
- Sadat-Shojai, M., Khorasani, M.T., Dinpanah-Khoshdargi, E and Jamshidi, A. (2013). Synthesis Methods For Nanosized Hidroksiapatit With Diverse Structures. *Acta Biomaterialia* 9(8), 7591-7621.
- Suci, I.A. dan Yulius, D.N. 2020. Sintesis Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp) Dari Cangkang Kerang Ale-Ale Menggunakan Metode Presipitasi Double Stirring. *Kalimantan Barat: Universitas Panca Bhakti*.
- Wahyudi, T.C., Irza, S. dan Shirley, S. 2019. Potensi Pengembangan Material Implan Tulang Hidroksiapatit Berbasis Bahan Alam Lokal. *Bandar Lampung : Universitas Lampung*.
- Kisi, E.H and Howard, C.J. 2012. *Applications of Neutron Powder Diffraction*. Oxford University Press.
- Wibisono, Y. 2017. *Biomaterial dan Bioproduk*. Malang: UB Press, 61:IV.
- Pokhrel, S. 2018. *Hydroxyapatite: Preparation, Properties and Its Biomedical Applications*. Scientific Research Publishing. 8 (225-440)
- Akram, M., Ahmed, R., Shakir, I., Ibrahim, W.A.W., Hussain, R. Extracting hydroxyapatite and its precursors from natural resources, *J. Mater. Sci.* 49 (2014) 1461-1475.
- Arif, S., Hermana, G.N., Khalida, Z., Arif, S.W., Puspita, Ika. 2020. Synthesis of Biomaterial Hydroxyapatite from Limestone by Using Two-Step Conversion. *International journal of science, engineering, and information technology* 5 (1) :
- Milovac, D., Gamboa-martínez T.C., Ivankovic, M., Gallego, G., Ivankovic, H. PCL-coated hydroxyapatite scaffold derived from cuttle fish bone: in vitro cell culture studies, *Mater. Sci. Eng. C* 42 (2014) 264-272.
- Jamillah Amer Nordin, Djoko Hadi Prajitno, Syafiqah Saidin, Hadi Nur., Hendra Hermawan. 2015. Structure-property relationships of iron-hydroxyapatite ceramic matrix nanocomposite fabricated using mechanosynthesis method. *Materials Science and Engineering C* 51 : 294-299
- Pu'ad, N.A.S., Koshy, P., Abdullah, H.Z., Idris, M.I., Lee T.C. 2019. *Heliyon Review Article*. Science Direct Elsevier.
- D. Kong, X. Xiao, X. Qiu, W. Zhang, Y. Hu, Synthesis and characteizaion of europium ions doping of hydroxyapatite nanorods by the simple two step method, *Func. Mater. Lett.* 8 (2015) 1550075.
- A.L. Boskey, *Natural and Synthesis Hydroxyapatites. Biomaterials Science: an Intriduction To Materials : third ed., Third Edit, Elsevier, 2013.*
- A. Balamurugan. A.H.S. Rebelo, A.F. Lemos, J.H.G. Rocha, J.M.G. Ventura, J.M.F. Ferreira, Suitability evaluation of sol-gel derived Si-substituted hydroxyapatite for dental and maxillofacial application thrugh in vitro osteoblasts response, *Dent. Mater.* 24 (2008) 1374-1380.
- E. Hosseinzadeh, M. Davarpanah, N.H. Nemati, S.A. Tavakoli, Fabrication of a hard tissue replacement using natural hydroxyapatite derived from bovine bones by thermal decomposition method, *International Journal of Organ Transplantation Medicene* 5 (2014) 23-31.
- R.X. Sun, Y.Lv, Y.R. Niu, X.H. Zhao. D.S. Cao, J. Tang, X.C. Sun, K.Z. Chen, Physicochemical and biological properties of bovine-derived porous hydroxyapatite/collagen composite and its hydroxyapatite powders, *Ceram. Int.* 43 (2017) 16792-1679
- Jonathan Angelo Ranamanggala, Dewinta Intan Laily, Yossy Nur Annisa, dan Sari Edi Cahyaningrum. 2020. ARTIKEL REVIEW : POTENSI HIDROKSIAPATIT DARI TULANG AYAM SEBAGAI PELAPIS IMPLAN GIGI. *Jurnal Kimia Riset* 5 (2) : 141-150
- Amirul Mukminin. 2019. Analisis Komposisi Fasa dan Parameter Unit Sel Kristal Hasil Kalsinasi Suhu Tinggi Abu Cangkang (Paguroidea) dengan Metode Rietveld. *Jurnal Sains Teraoan* 5 (1) : 43-48