

# SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) TERUMBU KARANG MELALUI PROSES HIDROTERMAL DENGAN VARIASI RASIO Ca/P DAN pH REAKSI

Muhammad Khairil Amri<sup>1)\*</sup>, Yelmida Azis<sup>2)</sup> dan Komalasari<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, <sup>2)</sup>Dosen Jurusan Teknik Kimia,

Laboratorium Material dan Korosi Universitas Riau

Program Studi Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Bina Widya, Jl. HR. Soebrantas Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293

\*E-mail : amrihairil12@gmail.com

## ABSTRACT

*Hydroxyapatite (HAp,  $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ) is one of the calcium phosphate compounds which is the main inorganic component of composing human hard tissue such as bones and teeth. Hydroxyapatite (HAp) is a material used as bone implant, adsorbent and catalyst. The purpose of this study was to determine the effect of variations in the Ca/P ratio (1.57; 1.67 and 1.77) and reaction pH (9, 10 and 11) to degree of hydroxyapatite crystallinity, and compare the results of XRD hydroxyapatite characterization on the variations carried out. The research begins with the calcination process of coral reefs to form CaO which is made into PCC using the carbonation method. Coral PCC and  $(NH_4)_2HPO_4$  were reacted using hydrothermal vessels with variations in the Ca/P ratio (1.57; 1.67 and 1.77) and mixing pH of reactants at (9, 10 and 11), reaction time for 16 hours at 140°C. The synthesis results will be analyzed using X-Ray Diffractometer (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX) and Brunauer-Emmet-Teller (BET). The hydroxyapatite results were obtained on the condition of 1.67 Ca / P ratio and pH 11 with a crystal diameter of 26.91 nm, crystallinity degree of 74.55%, final Ca / P ratio of 1.66 and wide surface which is 27,003 m<sup>2</sup> / g.*

**Keywords:** hydroxyapatite, hydrothermal, carbonasi, precipitate calcium carbonate

## 1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan Negara kepulauan terbesar dengan jumlah pulau mencapai 17.508 pulau dengan luas lautannya sekitar 3,1 juta km<sup>2</sup>. Luas laut Indonesia hampir mencapai dua pertiga luas wilayah Indonesia. Lautan yang luas tersebut menjadikan Indonesia mempunyai kekayaan dan keanekaragaman hayati terbesar didunia, salah satunya adalah ekosistem terumbu karang. Terumbu karang merupakan salah satu potensi kekayaan laut Indonesia. Berdasarkan kebijakan satu peta (*one map only*) yang diamanatkan dalam UU No. 4 tahun 2011, dirilis bahwa luas terumbu karang di Indonesia berdasar analisis dari citra satelit adalah sekitar 2,5 juta hektar. Sebanyak 569 jenis terumbu karang atau

sekitar 67 % dari 845 total spesies terumbu karang dunia [Giyanto dkk, 2017].

Sebagai sebuah ekosistem, secara langsung terumbu karang menjadi penunjang kehidupan berbagai jenis makhluk hidup yang ada di sekitarnya. Terumbu karang menyediakan tempat tinggal, tempat mencari makan, dan berkembang biak bagi berbagai biota laut. Namun, menurut data dari Program Rehabilitasi dan Pengelolaan Terumbu Karang di Indonesia atau *Coral Reef Rehabilitation Management Program* Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (COREMAP LIPI), hanya 6,39 % terumbu karang yang ada di Indonesia berpredikat sangat baik. Sampai saat ini terumbu karang yang telah mati belum

termanfaatkan dan hanya mengotori pantai. Padahal terumbu karang tersusun atas senyawa kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang dapat dimanfaatkan untuk sintesis *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC), karbonat apatit dan hidroksiapatit (HAp), suatu mineral penting yang ditemukan dalam tulang dan gigi.

Hidroksiapatit (HAp) adalah molekul kristalin yang tersusun dari fosfor dan kalsium dengan rumus molekul  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Hidroksiapatit merupakan biokeramik yang sering digunakan dalam aplikasi medis sebagai alternatif pengganti jaringan tulang karena senyawa ini memiliki komposisi dan kristalinitas yang mirip dengan tulang manusia. Disamping itu, hidroksiapatit juga telah banyak diaplikasikan sebagai katalis dan adsorben karena struktur penyusunnya yang berpori, inert, awet dan dapat berfungsi sebagai penukar kation [Azis dkk., 2015].

Azis dkk. [2014; 2015] mensintesis HAp dari biomaterial dengan proses hidrotermal melalui pembentukan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dari bahan baku kulit kerang. Dilaporkan, pembentukan HAp melalui jalur PCC membutuhkan waktu dan suhu reaksi yang lebih rendah ( $140^\circ\text{C}$  selama 16 jam) tanpa melakukan kalsinasi terhadap produk dibanding melalui pembentukan CaO. PCC adalah senyawa kalsium karbonat akan tetapi memiliki struktur yang berbeda dengan kalsium karbonat lain. PCC merupakan produk olahan material yang mengandung  $\text{CaCO}_3$  melalui serangkaian reaksi yang menghasilkan endapan  $\text{CaCO}_3$  dengan kemurnian tinggi [Sitohang, 2016].

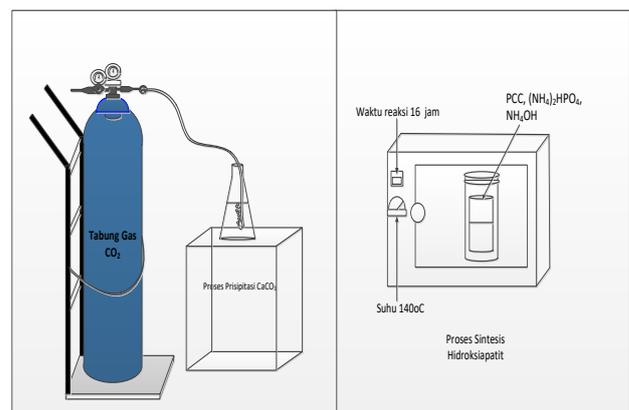
Beberapa metode yang telah digunakan dalam sintesis hidroksiapatit adalah metode hidrotermal [Hien, 2010; Azis, 2015; Yahya, 2016], presipitasi Prakabaran, 2005; Agustiyanti, 2017], *mechanochemical* [Gergely dkk, 2010], *sol gel* [Alpina, 2017]. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal. Sintesis hidrotermal didefinisikan sebagai metode

pembentukan material (kristal) pada tekanan tinggi, dimana temperatur reaksi dapat dinaikkan diatas titik didih air dan pencapaian tekanan dari saturasi uap air [Manafi, 2009]. Kelebihan dari metode ini adalah prosesnya sederhana, murah, dan memberikan perolehan hasil *yield* yang tinggi ( $>90\%$ ) [Bingol dkk, 2012]. Proses hidrotermal juga memiliki kelebihan lain yaitu menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi dan distribusi partikel yang homogen [Agustinus, 2009; Azis dkk., 2015].

## 2 METODE PENELITIAN

### 2.1 Bahan dan Alat yang digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah terumbu karang yang telah rusak yang didapat dari Pantai Padang, larutan  $\text{HNO}_3$  65% (Merck),  $\text{NH}_4\text{OH}$  33 % (Merck), gas  $\text{CO}_2$  (PT.Aneka Gas Industri), aquades (PT. Brataco) dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  99% (Merck). Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *vessel* hidrotermal, erlenmeyer, kertas saring, gelas piala, gelas ukur, labu ukur, corong, cawan penguap, pipet tetes, *stirrer*, *furnace*, oven, ayakan 100-120 *mesh*, lumpang, timbangan analitik, *hot plate*, kertas indikator pH universal dan pompa vakum. Rangkaian alat proses presipitasi dan sintesis hidroksiapatit dapat dilihat pada Gambar 2.1..



**Gambar 2.1** Rangkaian alat proses presipitasi  $\text{CaCO}_3$  dan sintesis hidroksiapatit

## 2.2 Variabel Penelitian

Variabel tetap pada penelitian ini adalah ukuran terumbu karang yang telah dihaluskan kemudian diayak dengan ayakan 100-120 *mesh*, waktu reaksi 16 jam dan waktu reaksi 140°C. Sedangkan variabel berubah adalah rasio Ca/P (1,57; 1,67 dan 1,77) dan pH reaksi (9; 10 dan 11).

## 2.3 Prosedur Penelitian

Terumbu karang dibersihkan terlebih dahulu dan dijemur satu hari untuk menghilangkan kadar air pada proses pembersihan. Terumbu karang yang telah kering, dihaluskan dengan menggunakan lumpang dan diayak menggunakan ayakan 100-140 *mesh* untuk mendapatkan ukuran partikel terumbu karang rata-rata 100 *mesh* (0,125 - 0,150 mm). Selain itu HNO<sub>3</sub> 65% diencerkan menjadi 2M untuk digunakan dalam pembuatan PCC.

Terumbu karang yang telah halus kemudian dikalsinasi menggunakan furnace pada suhu 900°C selama 3 jam untuk mendapatkan CaO. CaO yang didapat dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> 2 M dengan rasio 300 ml HNO<sub>3</sub>/17 gram CaO dan diaduk menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 350 rpm selama 30 menit setelah itu disaring. Filtrat yang didapat pada proses penyaringan dipanaskan hingga mencapai suhu 60 °C dan diatur sampai pH 12 dengan penambahan NH<sub>4</sub>OH pekat lalu disaring kembali. Filtrat yang didapatkan diendapkan dengan menambahkan gas CO<sub>2</sub> secara perlahan hingga pH filtrat menjadi 8 dan terlihat endapan berwarna putih susu yang selanjutnya disebut *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Endapan yang didapat kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH 7 lalu dikeringkan dalam *oven* pada suhu 110°C sampai berat hasil timbangan yang didapat konstan untuk menghilangkan sisa air dari proses pengendapan.

Tahap sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan PCC dan larutan jenuh (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> pada rasio

Ca/P (1,57; 1,67 dan 1,77) dan pH reaksi (9; 10 dan 11) menggunakan NH<sub>4</sub>OH 33%. Proses sintesis dilakukan di dalam *vessel* hidrotermal selama 16 jam dengan suhu operasi 140°C pada oven. Hidroksiapatit yang didapat kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu 105-110°C.

## 2.4 Penafsiran Data

Hidroksiapatit yang dihasilkan dianalisis dengan XRD, SEM-EDX dan BET. Data yang didapat dari analisis XRD dibandingkan dengan standar dan digunakan untuk mengidentifikasi struktur, ukuran kristal, unsur, parameter kisi, dan derajat kristalisasi suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul. Hasil analisis SEM-EDX digunakan untuk mengamati morfologi HAp yang didapat dan rasio akhir Ca/P. Penentuan kondisi operasi optimum berdasarkan karakteristik HAp terbaik yang didapatkan. Sedangkan analisis BET hanya dilakukan untuk menentukan luas permukaan HAp hasil sintesis.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hidroksiapatit disintesis dari PCC terumbu karang dan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> melalui metode hidrotermal dengan variabel rasio Ca/P reaktan (1,57; 1,67 dan 1,77) dan pH reaksi (9; 10 dan 11). Hidroksiapatit hasil sintesis dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX) dan *Brunaur, Emmett and Teller* (BET). Analisis XRD digunakan untuk mengidentifikasi struktur, ukuran kristal, unsur, parameter kisi, dan derajat kristalisasi hidroksiapatit. Analisis SEM-EDX untuk melihat bentuk atau keadaan permukaan dan rasio Ca/P hidroksiapatit. Analisa BET digunakan untuk menentukan luas permukaan hidroksiapatit.

### 3.1 Perlakuan sampel terumbu karang

Dari analisis XRF [2014], yang dilakukan di Laboratorium Kimia Terpadu Universitas Diponegoro, bahwa kandungan kalsium dalam terumbu karang

sebagai CaO yaitu 78,81 %. Tahap awal perlakuan terumbu karang yaitu proses kalsinasi. Sebanyak 20 gram serbuk terumbu karang yang dikalsinasi, diperoleh serbuk CaO sebanyak 14,85 gram. CaO hasil kalsinasi selanjutnya dikonversi menjadi PCC menggunakan metode karbonasi

Reaksi kalsinasi terumbu karang adalah sebagai berikut :



### 3.2 Karakterisasi HAp Menggunakan XRD

Analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) berfungsi untuk mengidentifikasi struktur, ukuran kristal, unsur, parameter kisi, dan derajat kristalisasi suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul. Pola difraksi sinar X senyawa hidroksiapatit hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.1 sampai 4.3. Pola difraksi sinar X menunjukkan serapan pada sudut  $2\theta$  yang mirip dengan pola spektrum XRD hidroksiapatit standar dari data ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) 01-072-1243 dan analisis dari data *peak list* hasil sintesis standar.

Hasil uji XRD untuk kesembilan difraktogram HAp yang disintesis dibandingkan dengan difraktogram dari data ICDD 01-072-1243 menunjukkan bahwa puncak-puncaknya sangat mirip dan tidak terdapat puncak lain. Hal ini menunjukkan bahwa HAp yang dihasilkan memiliki kemurnian tinggi dan memenuhi standar. Data XRD kesembilan sampel HAp yang dianalisis memiliki struktur kristal heksagonal. Selanjutnya data XRD digunakan untuk menentukan ukuran diameter kristal hidroksiapatit hasil sintesis. Perhitungan ukuran diameter kristal dilakukan menggunakan persamaan *Scherer*.

Hasil analisis perhitungan ukuran diameter kristal dapat diketahui bahwa ukuran kristal hidroksiapatit yang relatif sama dan tidak memiliki perbedaan yang signifikan dalam ukuran diameter

kristalnya, sehingga memiliki variasi rasio Ca/P dan pH reaksi tidak memiliki efek yang besar terhadap diameter kristal hidroksiapatit yang disintesis.

Dari data analisis XRD, dapat ditentukan derajat kristalinitas dari hidroksiapatit. Derajat kristalinitas merupakan tingkat keteraturan penempatan atom-atom dalam unit sel dan kisi Kristal. Derajat kristalinitas yaitu besaran yang menyatakan banyaknya kandungan kristal dalam suatu material dengan membandingkan luasan kurva kristal dengan total amorf dan kristal [Purnama, 2006]. Derajat kristalinitas dihitung menggunakan parameter FWHM (Full Width at Half Maximum). Fraksi luas kristal atau amorf dihitung dengan mengkalikan FWHM dengan intensitas. FWHM dianggap setengah luas alas dan intensitas sebagai tingginya.

**Tabel 3.1** Derajat Kristalinitas Hiroksiapatit

Variabel		Derajat Kristalinitas (%)
Rasio Ca/P	pH	
1,57	9	71,05190
	10	73,92550
	11	74,23656
1,67	9	71,18963
	10	72,05345
	11	74,54616
1,77	9	71,59825
	10	73,21809
	11	73,48465

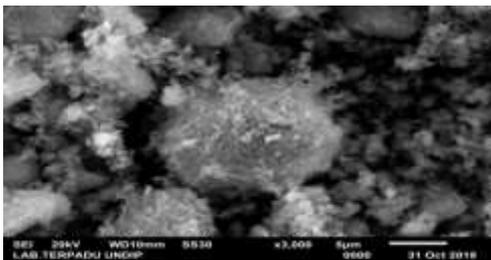
Hasil analisis pada Tabel 3.1 dapat dilihat bahwa derajat kristalinitas hidroksiapatit semakin besar seiring terjadinya peningkatan pH reaksi, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Kehoe, [2008] dimana meningkatkan pH reaksi akan memperkecil ukuran kristal serta meningkatkan kristalinitas [Kehoe, 2008]. Namun pada variasi rasio Ca/P reaktan pengaruh tidak dapat ditentukan dikarenakan rentang jarak rasio Ca/P reaktan yang terlalu dekat sehingga memberikan efek yang tidak signifikan

dan derajat kristalinitas yang lebih besar karena perbedaan pH reaksi.

### 3.3 Karakterisasi HAP Menggunakan SEM-EDX

Senyawa HAP hasil sintesis yang memiliki derajat kristalinitas terbaik berturut didapat pada rasio Ca/P dan pH reaksi (1,67; 11), (1,57; 11) dan (1,57; 10) selanjutnya dianalisis menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi HAP dan unsur kandungannya.

Dari data hasil analisis SEM terhadap HAP hasil sintesis yang terbaik yaitu pada rasio Ca/P 1,67 pada pH 11 dapat dilihat pada Gambar 3.1. Hasil analisis SEM HAP sintesis dapat dihitung ukuran butir diameter hidroksiapatit pada pelakuan rasio Ca/P 1,67 untuk pH 11 berkisar antara 0,2-15  $\mu\text{m}$ . Menunjukkan bahwa morfologi HAP hasil sintesis berupa aglomerat atau penggumpalan. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Hui dkk [2010], dimana partikel yang diamati berbentuk aglomerat. Hal ini juga dipertegas oleh Anugrah [2019], bahwa kristalit dari HAP cenderung membentuk aglomerat dengan rata-rata ukuran partikelnya berada pada rentang 0,2-25  $\mu\text{m}$  pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Foto SEM Hidroksiapatit hasil sintesis pada rasio Ca/P 1,67 dan pH reaksi 11 untuk perbesaran x3000

Dari data hasil sintesis hidroksiapatit pengujian EDX dapat diketahui rasio molar Ca/P hasil untuk ketiga sampel terbaik ditunjukkan pada Tabel 3.2

**Tabel 3.2** Rasio Molar Ca/P Hasil

Variabel		Persen Massa (%)		Rasio Mol Ca/P Hasil
Rasio Ca/P Reaktan	pH	Ca	P	
1,57	10	23,68	13,72	1,72
1,57	11	23,23	13,02	1,78
1,67	11	22,36	13,43	1,66

Berdasarkan data hasil uji SEM-EDX didapatkan kuantitas terbaik didapatkan pada rasio Ca/P 1,67 pada pH 11 dengan rasio mol Ca/P akhir yaitu 1,66. Hal tersebut mendekati standard rasio ideal Ca/P sebesar 1,67. Kandungan hidroksiapatit yang didapatkan murni tanpa ada fase kristal lain tetapi rasio mol Ca/P akhir yang didapatkan diperoleh sedikit lebih rendah dari rasio stoikiometrik hidroksiapatit murni yaitu 1,67.

### 3.4 Karakterisasi HAP Menggunakan BET

Untuk mengetahui luas permukaan material, distribusi pori material dan *isotherm* adsorpsi suatu gas pada suatu bahan maka dilakukan uji *surface area analysis* (SAA) dengan BET. Berdasarkan hasil uji BET maka didapat luas permukaan hidroksiapatit hasil sintesis pada rasio Ca/P dan pH 11 yaitu 27.003  $\text{m}^2/\text{g}$ . Azis dkk. [2015] mensintesis HAP dari PCC kerang darah menggunakan metode hidrotermal pada suhu 140 selama 16 jam dan pH 10-11 menghasilkan HAP dengan *surface area* sebesar 17.8  $\text{m}^2/\text{g}$ . Jika dibandingkan dengan penelitian tersebut, penelitian ini memiliki *surface area* yang lebih besar karena perbedaan pH.

## 4. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini yaitu Hidroksiapatit dapat disintesis dari terumbu karang menggunakan metode hidrotermal melalui pembentukan *precipitated calcium carbonate* (PCC). Dari analisa XRD

didapatkan bahwa pengaruh variabel rasio Ca/P dan pH reaksi terhadap diameter kristal hidroksiapatit tidak berbeda signifikan. Diameter kristal HAp hasil sintesis pada semua variabel sangat mirip. Derajat kristalinitas semakin besar seiring peningkatan pH reaksi. Tingkat kristalinitas sangat baik teramati pada rasio Ca/P 1,67 pada pH 11 didapat kristalinitas 74,55%. Sintesis hidroksiapatit melalui proses pembentukan PCC dari terumbu karang menggunakan metode hidrotermal pada rasio reaktan Ca/P 1,67 dan pH 11 memberikan hasil paling baik. Struktur kristal hidroksiapatit yang dihasilkan adalah heksagonal dengan ukuran kristal 26,91 nm dan luas permukaan 27,003 m<sup>2</sup>/g serta rasio akhir Ca/P 1,66.

## 5. DAFTAR PUSTAKA

- Agustinus, E. 2009. Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas dan Kualitas Kristal. Puslit Geoteknologi Komplek LIPI : Bandung.
- Agustiyanti, R. D., Azis, Y., & Helwani, Z. (2017). Sintesis Hidroksiapatit Dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Telur Ayam Ras melalui Proses Presipitasi. *Jurnal Online Mahasiswa (JOM) Bidang Teknik dan Sains*, 5(1), 1-6.
- Alpina, C. S. A., Y. Azis, dan Zultiniar. 2017. Sintesis Hidroksiapatit Dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Telur Ayam Melalui Proses Sol Gel Dengan Variasi pH dan Waktu Aging. *JOM FTEKNIK* 4(2): 1-4.
- Anugrah, M. 2019. Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Cangkang Telur Itik melalui Proses Hidrotermal dengan Variasi pH dan Waktu Reaksi. *Skripsi*. Fakultas Teknik Universitas Riau. Riau.
- Azis, Y., N. Jamarun dan S. Arif. 2014. Sintesis Hidrotermal Bio-Keramik Hidroksiapatit dari Terumbu Karang Sumatera Barat. *Prosiding SEMIRATA 2014 Bidang MIPA BKS-PTN Barat*: 222.
- Azis, Y., N. Jamarun, S. Arif, dan A. Nur. 2015. Facile Synthesis of Hydroxyapatite Particles from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hydrothermal Method. *Oriental Journal Of Chemistry* 31(2): 1099-1105.
- Bingol, O. R., dan C. Durucan. 2012. Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite from Kalsium Sulfate Hemihydrate. *American Journal Biomedical Sciences* 4(1). 5059.
- Giyanto, Abrar, Hadi, Budiyo, Hafizt, Abdullah, dan Iswari. 2017. Status Terumbu Karang Indonesia. Jakarta.
- Gergely, G., We'ber, F., Luka'cs, I., To'th, A. L., Horva'th, Z. E., Miha'ly, J. & Bala'zsi, C., 2009. Preparation and characterization of hydroxyapatite from eggshell. *Ceramics International*, Volume 36, pp. 803-806.
- Hien, V. D., D. Q. Huong, dan P. T. N. Bich. 2010. Study of the Formation of Porous Hydroxyapatite Ceramics from Corals via Hydrothermal Process. *Journal of Chemistry* 48(5): 591 - 596.
- Hui, P., S. L. Meena, G. Singh, R. D. Agarawal, dan S. Prakash. 2010. Synthesis of Hydroxyapatite Bio-Ceramic Powder by Hydrothermal Method. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 9(8): 683-692.
- Kehoe, S. 2008. Optimization of Hydroxyapatite (HAp) for Orthopaedic Application via the Chemical Precipitation Technique. *Thesis*. School of

- Mechanical and Manufacturing Engineering. Dublin City University.
- Manafi, A. M., dan S. Jougehdoost. 2009. Synthesis of Hydroxyapatite Nanostructure by Hydrothermal Condition for Biomedical Application. *Iranian Journal of Pharmaceutechal Science* 5(2): 89-94.
- Prabakaran, K. A., Balamurungan & Rajeswari, S., 2005. Development of Calcium Phosphate Based Apatite from Hens Eggshell. *Bulletin Mater Science*, 28(2), pp. 115-119.
- Purnama, E.F. 2006. Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Hidroksiapatit Dibuat Dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (*Synthetic Body Fluid*). *Skripsi*. Fakultas Matematika Dan Pengetahuan Alam Institute Pertanian Bogor, Bogor.
- Sitohang, F., Y. Azis, dan Zultiniar. 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam Ras Melalui Metoda Hidrotermal. *JOM FTEKNIK* 3(2): 1-7.
- Yahya, M., & Azis, Y. 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Kulit Telur Ayam melalui Proses Hidrotermal. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*, 3(1), 1-8.