

# Literatur Review : Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Hidrotermal

Etih Hartati<sup>1</sup>, Khoirunisa Ameilia Rahmawati<sup>2\*</sup>, Djaenudin<sup>3</sup>, Herlian Eriska Putra<sup>4</sup>

<sup>1,2</sup>Program Studi Teknik Lingkungan, Institut Teknologi Nasional, Bandung, Jawa Barat, Indonesia

<sup>3,4</sup>Pusat Riset Teknologi Lingkungan dan Teknologi Bersih, Badan Riset dan Inovasi Indonesia

\*Koresponden email: khoirunisa.ameilia@mhs.itenas.ac.id

Diterima: 20 Desember 2025

Disetujui: 29 Desember 2025

## Abstract

Indonesia is one of the countries with high beef consumption and production, resulting in large amounts of bone waste, especially rib bones, every year. This bone waste is generally not optimally utilized and has the potential to cause environmental problems. In fact, cow bones, including ribs, contain a high-value mineral compound called hydroxyapatite ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ). Hydroxyapatite is an inorganic compound with a crystal structure and composition similar to human bone and tooth tissue, making it a highly potential material in the biomedical field, especially as a raw material for dentures, bone implants, and bone fillers. Through environmentally friendly technological approaches such as the hydrothermal method, bone waste can be processed to extract pure hydroxyapatite. This process involves heat and pressure treatment in a closed device that can remove organic components without damaging the mineral structure. The synthesized hydroxyapatite has a composition and crystal structure similar to human hard tissue, making it highly potential for use as a base material in medical applications, especially for dental prostheses.

**Keywords:** bovine bone waste, hydrothermal, hydroxyapatite, denture

## Abstrak

Indonesia merupakan salah satu negara dengan konsumsi dan produksi daging sapi yang tinggi, sehingga menghasilkan limbah tulang, khususnya tulang iga, dalam jumlah besar setiap tahunnya. Limbah tulang ini umumnya tidak dimanfaatkan secara optimal dan berpotensi menimbulkan masalah lingkungan. Tulang sapi, termasuk bagian iga, mengandung senyawa mineral utama berupa hidroksiapatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) yang bernilai tinggi. Hidroksiapatit merupakan senyawa anorganik yang memiliki struktur kristal dan komposisi mirip dengan jaringan tulang dan gigi manusia, sehingga menjadikannya material yang sangat potensial dalam bidang biomedis, terutama sebagai bahan baku pembuatan gigi tiruan, implan tulang, dan bahan pengisi tulang. Melalui pendekatan teknologi ramah lingkungan seperti metode hidrotermal, limbah tulang dapat diproses untuk mengekstraksi hidroksiapatit murni. Proses ini melibatkan perlakuan panas dan tekanan dalam alat tertutup yang mampu menghilangkan komponen organik tanpa merusak struktur mineral. Hidroksiapatit hasil sintesis ini memiliki kemiripan komposisi dan struktur kristal dengan jaringan keras manusia, sehingga sangat potensial digunakan sebagai bahan dasar dalam aplikasi medis khususnya untuk gigi tiruan (*dental prosthesis*).

**Kata Kunci:** limbah tulang sapi, hidrotermal, hidroksiapatit, gigi tiruan

## 1. Pendahuluan

Di Indonesia, persoalan sampah masih menjadi isu yang belum terselesaikan hingga saat ini. Berdasarkan data Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (KLHK), pada tahun 2020 jumlah limbah yang dihasilkan mencapai sekitar 68,5 juta ton, dengan kontribusi terbesar berasal dari limbah rumah tangga. Limbah rumah tangga tersebut antara lain berupa sisa makanan dan kaca. Di antara limbah sisa makanan, masih banyak yang belum dikelola secara optimal, salah satunya adalah limbah tulang sapi [1]. Pada tahun 2022, di Indonesia jumlah konsumsi daging sapi mencapai 498.923,14 ton [2]. Komposisi kimia tulang sapi tersusun atas unsur-unsur anorganik, yaitu Kalsium (Ca), fosfor (P), oksigen (O), hidrogen (H), natrium (Na), dan magnesium (Mg) [2]. Dengan komposisi tersebut, limbah tulang sapi berpotensi dijadikan sebagai biomaterial seperti hidroksiapatit dan  $\beta$ -trikalsium fosfat ( $\beta$ -TCP) yang banyak digunakan dalam aplikasi ortopedi dan kedokteran gigi, karena sifat biokompatibilitas dan kemiripannya dengan jaringan tulang [3].

Hidroksiapatit merupakan senyawa kalsium fosfat dengan rumus  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , yang dikenal karena sifat biokompatibilitasnya. Tulang sapi, sebagai limbah melimpah dari industri daging, mengandung

unsur kalsium dan fosfat tinggi, sehingga berpotensi digunakan sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit sintetis untuk aplikasi biomaterial [4]. Dalam proses sintesis hidroksiapatit dapat digunakan berbagai metode, di antaranya metode pengendapan basah, sol-gel, solid state, dan hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan teknik sintesis yang memanfaatkan pembentukan kristal dalam media air pada suhu tinggi dan tekanan tinggi, di mana air berada di atas titik didih normalnya sehingga memungkinkan terbentuknya fasa dan struktur kristal yang lebih stabil [5]. Senyawa hidroksiapatit yang disintesis menggunakan metode hidrotermal dapat dihasilkan dengan kemurnian dan kristalinitas tinggi, serta memiliki distribusi partikel yang lebih homogen [6].

Literatur review ini memiliki tujuan untuk mengkaji secara komprehensif potensi limbah tulang sapi sebagai sumber alternatif bahan baku untuk hidroksiapatit, yang memiliki nilai ekonomis tinggi dan aplikasi luas di bidang biomedis. Kajian ini bertujuan untuk memahami prinsip dasar serta efektivitas metode hidrotermal dalam proses ekstraksi hidroksiapatit, dengan meninjau berbagai parameter proses seperti suhu, tekanan, waktu, dan pH yang memengaruhi kualitas hasil. Selain itu, literatur review ini juga membandingkan hasil dan kemurnian hidroksiapatit sebagai produk yang dihasilkan dengan menggunakan metode hidrotermal dengan metode ekstraksi lain seperti kalsinasi dan presipitasi. Karakteristik yang ada di dalam sampel, seperti struktur kristal, ukuran partikel, rasio Ca/P, serta kompatibilitas biologis dianalisis menggunakan instrumen, seperti *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Kajian ini juga bertujuan untuk menilai keberlanjutan dan efektivitas metode hidrotermal dari aspek teknis dan lingkungan dalam pemanfaatan limbah tulang sapi sebagai sumber daya yang ramah lingkungan dan berkelanjutan [7].

## 2. Metode Penelitian

Literatur review dilakukan dengan mencari artikel penelitian mengenai sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan metode hidrotermal, artikel atau jurnal, yang diperoleh dari berbagai sumber akademik, seperti *Google Scholar*, *Science Direct*, dan *Research Gate*. Kata kunci yang digunakan saat pencarian ialah pemanfaatan limbah tulang sapi, hidroksiapatit, dan hidrotermal. Artikel harus diterbitkan dalam kurun waktu 10 tahun terakhir (2015-2025), yang secara spesifik membahas pemanfaatan kembali limbah tulang sapi, komposisi tulang sapi, karakteristik hidroksiapatit, metode sintesis hidroksiapatit, metode hidrotermal, faktor yang mempengaruhi kinerja hidrotermal, dan kelebihan kekurangan metode hidrotermal.

## 3. Kandungan Hidroksiapatit pada Limbah Tulang Sapi

Hidroksiapatit merupakan senyawa kalsium fosfat yang mengandung gugus hidroksida, dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , serta memiliki struktur kristal yang menyerupai mineral utama penyusun tulang dan gigi manusia. Hidroksiapatit yang diperoleh dari sumber alami, seperti tulang sapi, telah banyak dimanfaatkan dalam bidang medis, antara lain sebagai bahan cangkok tulang, pengganti jaringan tulang, pengisi tulang, dan material restorasi jaringan gigi. Material ini dikenal memiliki tingkat biokompatibilitas yang tinggi, terhadap jaringan keras dan bersifat bioaktif, sehingga mampu mendukung proses rekonstruksi serta regenerasi tulang. Selain itu, hidroksiapatit memiliki sifat osteokonduktif yang baik, bersifat nontoksik, tidak menimbulkan peradangan, serta tidak memicu respons imun, sehingga aman digunakan sebagai material implan. Kombinasi karakteristik tersebut menjadikan hidroksiapatit sebagai salah satu material biokeramik yang sangat potensial untuk aplikasi biomedis dan rekayasa jaringan tulang maupun gigi [8].

Struktur kristal hidroksiapatit umumnya dibedakan menjadi dua tipe, yaitu heksagonal dan monoklinik. Sebagian besar hidroksiapatit hasil sintesis membentuk struktur heksagonal, yang tersusun dari gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) berbentuk tetrahedral dan distabilkan oleh ion kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ). Sementara itu, struktur monoklinik lebih jarang ditemukan dan biasanya muncul pada hidroksiapatit yang benar-benar stoikiometrik, dengan rasio Ca/P sebesar 1,67 dan densitas sekitar  $3,19 \text{ g/cm}^3$ . Rasio molar Ca/P berperan penting dalam menentukan sifat mekanik hidroksiapatit, terutama kekuatan dan kestabilan kristalnya, di mana peningkatan rasio Ca/P dapat meningkatkan kekuatan hingga mencapai nilai optimum mendekati 1,67, namun akan menurun kembali jika rasio tersebut terlampaui akibat kelebihan kalsium atau ketidakstabilan struktur kristal [4].

### *Struktur Morfologi Tulang Sapi*

Pada penelitian Fitriyana dkk [9], morfologi tulang sapi menunjukkan partikel bulat dan besar, sedangkan Menurut Alimuddin & Rahayu [7], morfologi partikel tulang sapi cenderung tidak seragam dan berbentuk bulat. Pada penelitian Puad dkk [10], Pengaruh variasi suhu kalsinasi dan perlakuan hidrotermal

terhadap morfologi serta ukuran partikel hidroksiapatit dievaluasi menggunakan *Field Emission Scanning Electron Microscopy* (FESEM). Pada suhu kalsinasi 700 °C, partikel hidroksiapatit yang terbentuk masih berukuran relatif kecil dengan bentuk yang tidak beraturan dan permukaan yang kasar, mengindikasikan bahwa proses kristalisasi belum berlangsung secara optimal dan sebagian material masih berada dalam fase amorf. Ketika suhu kalsinasi ditingkatkan hingga 900 °C, terjadi proses sintering dan penggabungan antarpartikel, yang menyebabkan terbentuknya agregat berukuran lebih besar, dengan morfologi yang tidak teratur. Kondisi ini mencerminkan percepatan pertumbuhan kristal akibat peningkatan difusi atom, namun menghasilkan struktur yang kurang seragam. Oleh karena itu, tahap kalsinasi berperan penting dalam menentukan fase, serta karakter awal serbuk hidroksiapatit sebelum dilakukan perlakuan lanjutan.

Selanjutnya, penerapan perlakuan hidrotermal pada sampel hasil kalsinasi 900 °C, menghasilkan perubahan yang signifikan terhadap morfologi dan ukuran partikel. Proses hidrotermal yang berlangsung dalam kondisi terkendali, mampu mendekomposisi agregat kasar yang terbentuk sebelumnya, sehingga menghasilkan partikel berukuran sangat halus pada skala nanometer (sekitar 14 nm), dengan permukaan yang menunjukkan distribusi mikropori berukuran  $\pm 200\text{--}400\text{ }\mu\text{m}$ . Perubahan ini, mengindikasikan terjadinya proses rekristalisasi menuju struktur nanokristalin, yang lebih homogen dan memiliki tingkat bioaktivitas yang lebih tinggi. Keberadaan mikroporositas tersebut memberikan keunggulan fungsional, karena dapat meningkatkan bioresorpsi, adhesi sel tulang, serta difusi nutrisi dalam lingkungan biologis. Dengan demikian, hasil penelitian ini menegaskan, bahwa kombinasi kalsinasi pada suhu tinggi dan perlakuan hidrotermal merupakan pendekatan yang efektif, untuk menghasilkan hidroksiapatit dengan struktur nano dan karakteristik pori, yang sesuai bagi aplikasi biokeramik dan rekayasa jaringan tulang.

Tetapi, pada penelitian Wijanarko & Irfa'i [11], penelitian ini juga menggabungkan dua tahap perlakuan, yaitu kalsinasi dan hidrotermal, untuk memaksimalkan kemurnian dan karakteristik morfologi serbuk hidroksiapatit yang dihasilkan. Proses kalsinasi dilakukan pada suhu 900 °C selama 5 jam, dengan tujuan utama untuk menghilangkan matriks organik serta sisa karbonat, yang masih melekat pada bahan baku tulang. Tahapan ini juga berfungsi, untuk meningkatkan kristalinitas awal serbuk kalsium fosfat, yang terbentuk serta menyiapkan struktur mineral agar lebih reaktif dalam proses hidrotermal berikutnya.

Selanjutnya, serbuk hasil kalsinasi diproses menggunakan metode hidrotermal pada suhu 110 °C, dengan variasi waktu antara 1 hingga 5 jam. Tahapan ini, bertujuan memperbaiki keteraturan struktur kristal dan mengontrol morfologi partikel yang terbentuk. Pengujian karakterisasi menggunakan SEM, menunjukkan bahwa morfologi serbuk setelah perlakuan hidrotermal berbentuk *plate-like*, dengan ukuran partikel sekitar 1  $\mu\text{m}$ , yang terlihat seragam, homogen, dan terdistribusi merata. Morfologi ini menunjukkan pertumbuhan kristal, yang terarah akibat kondisi hidrotermal yang relatif rendah, namun berlangsung cukup lama, memungkinkan proses rekristalisasi yang optimal. Dengan demikian, penelitian Wijanarko dan Irfa'i menunjukkan bahwa kombinasi proses kalsinasi dan hidrotermal dapat menghasilkan serbuk hidroksiapatit dengan kemurnian tinggi, morfologi yang terkendali, dan ukuran kristalit nanoskopik. Strategi sintesis dua tahap ini terbukti efektif untuk memperoleh material bioaktif yang potensial digunakan sebagai bahan *implant* atau *scaffolding* pada rekayasa jaringan tulang.

### *Komposisi Unsur Tulang Sapi*

Menurut Ikhsan dkk [12], Kandungan unsur kalsium (Ca) dan fosfor (P) pada tulang sapi masing-masing tercatat sebesar 37,418% dan 23,185%, dengan rasio molar Ca/P sebesar 1,61. Nilai rasio ini berada dekat dengan rentang optimal pembentukan hidroksiapatit biologis, sehingga berkontribusi positif terhadap kestabilan kristal dan sifat mekanik material. Meskipun demikian, nilai fosfor yang sedikit lebih rendah dibandingkan rasio stoikiometrik ideal ( $\text{Ca/P} = 1,67$ ) diduga berkaitan dengan terjadinya substitusi ion karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) ke dalam kisi kristal fosfat, suatu fenomena yang umum dijumpai pada material biogenik seperti tulang. Substitusi karbonat tersebut, diketahui dapat meningkatkan bioaktivitas, kelarutan, serta kompatibilitas biologis material terhadap jaringan tubuh, meskipun di sisi lain dapat menurunkan tingkat kekristalan [5].

Pada penelitian yang akan membandingkan metode sintesis hidrotermal dan sol–gel, analisis XRF menunjukkan bahwa hidroksiapatit yang dihasilkan melalui metode hidrotermal memiliki fase tunggal dengan tingkat kemurnian tinggi serta rasio Ca/P yang relatif stabil mendekati nilai stoikiometrik 1,67. Sebaliknya, metode sol–gel cenderung menghasilkan variasi rasio Ca/P yang lebih luas dan memunculkan fase sekunder, seperti  $\beta$ -tricalcium phosphate ( $\beta$ -TCP) atau CaO, akibat kinetika reaksi yang kurang terkontrol. Analisis XRF juga mendeteksi keberadaan impuritas dalam jumlah sangat kecil, seperti ion  $\text{F}^-$ ,  $\text{Na}^+$ , dan  $\text{Mg}^{2+}$ , yang menunjukkan konsistensi kimia serta kemurnian hidroksiapatit hasil metode hidrotermal pada skala nanometer [5].

Lalu, penelitian yang dilakukan oleh Rana dkk [13], yang menggunakan metode *thermal decomposition* diikuti analisis komposisi dengan XRF. Pada penelitian ini ditemukan bahwa, hidroksiapatit yang diperoleh memiliki unsur utama Ca dan P dengan rasio Ca/P sekitar 1,67–1,70. XRF juga mendeteksi unsur-unsur trace seperti Mg, Na, serta jejak Fe, K, dan Zn, yang memberikan hidroksiapatit biologis fiabilitas dan fungsi biomimetis. Analisis membahas lebih lanjut mengenai proses yang mampu mempertahankan unsur-elemen alami, yang signifikan dari tulang sumber.

Penelitian lain menerapkan perlakuan panas pada rentang suhu 600–1100 °C, dengan analisis komposisi unsur menggunakan instrumen, XRF. Hasil pengujian menunjukkan, bahwa kalsium (Ca) dan fosfor (P) merupakan unsur utama penyusun sampel, sementara magnesium (Mg) dan natrium (Na) terdeteksi dalam jumlah relatif kecil sebagai unsur minor yang secara alami berasal dari matriks tulang. Rasio molar Ca/P yang diperoleh berada pada kisaran 1,46–2,01 dan dipengaruhi oleh variasi suhu pemanasan yang digunakan. Seiring dengan peningkatan suhu, rasio Ca/P cenderung meningkat, yang mengindikasikan terjadinya dekomposisi parsial senyawa kalsium fosfat non-stoikiometrik menuju fase yang lebih kaya kalsium [14].

Temuan tersebut menunjukkan bahwa proses pemanasan memiliki peran krusial dalam menentukan kemurnian dan kestabilan fase HA. Pada suhu di bawah 900 °C, masih memungkinkan terbentuknya fase amorf atau keberadaan fase kalsium fosfat sekunder, seperti *tricalcium phosphate* (TCP). Sebaliknya, pada suhu 1100°C, fase hidroksiapatit teridentifikasi sebagai fase yang stabil tanpa adanya fase lain, menandakan bahwa struktur kristal telah berkembang secara optimal dan stabil secara termal. Kondisi ini menunjukkan bahwa pemanasan pada suhu tinggi tidak memicu dekomposisi lebih lanjut, melainkan meningkatkan derajat kristalinitas serta kestabilan komposisi kimia. Oleh karena itu, pengendalian suhu selama proses *heat treatment* menjadi parameter penting untuk menghasilkan hidroksiapatit dengan kemurnian dan komposisi yang terkontrol secara presisi [14].

#### *Gugus Fungsi Tulang Sapi*

Gugus fungsi yang terdapat pada tulang sapi dari penelitian Hossain dkk [15], Hasil FTIR pada tulang sapi menunjukkan keberadaan gugus fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) dan hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) yang menjadi penanda utama fasa hidroksiapatit (HA) dan menegaskan dominasi serta kestabilan struktur mineralnya. Sedangkan, pada penelitian Afifah & Cahyaningrum [16], Proses dimulai dengan kalsinasi tulang sapi pada suhu 750 °C selama 6 jam, untuk menghilangkan komponen organik seperti kolagen dan protein, kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan FTIR. Spektrum FTIR menunjukkan bahwa puncak amida NH pada  $\sim 2929,8 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1669,7 \text{ cm}^{-1}$  yang terdapat pada tulang mentah hilang sepenuhnya setelah perlakuan, sehingga mengonfirmasi degradasi jaringan organik. Puncak kuat yang muncul pada  $\sim 1040 \text{ cm}^{-1}$  dan  $609 \text{ cm}^{-1}$  (fosfat,  $\text{PO}_4^{3-}$ ), serta pada  $\sim 866 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1413 \text{ cm}^{-1}$  (karbonat,  $\text{CO}_3^{2-}$ ), mengindikasikan adanya substitusi karbonat dalam struktur hidroksiapatit. Selain itu, puncak pada  $\sim 3575 \text{ cm}^{-1}$  dan  $\sim 644 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan gugus hidroksil ( $\text{OH}^-$ ), yang semakin memperkuat identifikasi hidroksiapatit. Hasil FTIR tersebut mengonfirmasi bahwa proses termal menghasilkan hidroksiapatit dengan kemurnian tinggi dan pita serapan yang terdefinisi dengan baik.

Apabila penelitian diawali dengan tahap *pretreatment* berupa pembersihan dan penghilangan lemak, kemudian dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu di atas 600 °C, spektrum FTIR yang dihasilkan umumnya menampilkan pita serapan khas hidroksiapatit yang semakin jelas dan terdefinisi. Pita vibrasi fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) biasanya teramati kuat pada sekitar  $567 \text{ cm}^{-1}$  dan  $602 \text{ cm}^{-1}$ , sedangkan pita regangan asimetrisnya muncul pada rentang  $1000\text{--}1100 \text{ cm}^{-1}$ , yang menunjukkan keteraturan struktur tetrahedral  $\text{PO}_4$ . Keberadaan gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) ditunjukkan oleh pita serapan pada kisaran  $1400\text{--}1450 \text{ cm}^{-1}$ , yang umumnya berkaitan dengan adsorpsi  $\text{CO}_2$  dari udara selama proses pendinginan. Selain itu, pita hidroksil ( $\text{OH}^-$ ) terdeteksi pada sekitar  $3497 \text{ cm}^{-1}$  dan  $456 \text{ cm}^{-1}$ , yang mengonfirmasi keberadaan gugus  $\text{OH}$  dalam kisi kristal hidroksiapatit.

Dengan meningkatnya suhu kalsinasi di atas 600 °C, intensitas pita serapan C–H pada sekitar  $2926 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2856 \text{ cm}^{-1}$  mengalami penurunan signifikan hingga tidak lagi terdeteksi, yang menandakan terdekomposisinya seluruh komponen organik. Temuan FTIR ini sejalan dengan hasil karakterisasi XRD dan SEM, yang menunjukkan pola difraksi tajam khas hidroksiapatit serta morfologi butiran yang relatif seragam. Keselarasan hasil tersebut menguatkan bahwa perlakuan termal yang diterapkan efektif menghasilkan hidroksiapatit murni dengan struktur kristalin yang baik serta tingkat substitusi karbonat yang tetap terkendali [17].



### *Kristalinitas Tulang Sapi*

Walaupun penelitian yang dilakukan oleh Kusnieruk dkk [18], tidak sepenuhnya dari tulang sapi, melainkan membandingkan struktur hidroksiapatit alami, termasuk yang berasal dari tulang sapi dengan hidroksiapatit yang disintesis melalui metode hidrotermal. Teknik XRD digunakan untuk menentukan ukuran kristalit hidroksiapatit alami, di mana pada tulang sapi diperoleh panjang sekitar  $21 \pm 5$  nm dan lebar sekitar  $6 \pm 1$  nm. Nilai ini kemudian dibandingkan dengan nanopartikel hidroksiapatit yang dihasilkan melalui sintesis hidrotermal. Analisis tersebut penting untuk menunjukkan bahwa metode hidrotermal mampu mereplikasi sifat kristal hidroksiapatit biologis.

Sedangkan, pada penelitian yang dilakukan Wijanarko & Irfa'i [6], Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa sampel tulang sapi yang mengalami kalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 5 jam, kemudian dilanjutkan dengan perlakuan hidrotermal pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 1–5 jam, berhasil membentuk fase *biphasic calcium phosphate* (BCP). Fase tersebut didominasi oleh hidroksiapatit, dengan fraksi lebih dari 99%, disertai kandungan kecil  $\beta$ -tricalcium phosphate ( $\beta$ -TCP). Temuan ini mengindikasikan, bahwa proses kalsinasi berperan krusial dalam menghilangkan komponen organik dan memicu terbentuknya fase kristalin awal, sementara perlakuan hidrotermal berkontribusi terhadap penyempurnaan struktur kristal serta pengendalian ukuran partikel. Pola difraksi yang diperoleh menampilkan puncak-puncak tajam khas hidroksiapatit dan  $\beta$ -TCP, yang menandakan tingkat kristalinitas tinggi serta minimnya keberadaan fase amorf.

Ukuran kristalit yang dihitung menggunakan persamaan Scherrer berada pada kisaran 30–50 nm, yang menunjukkan bahwa serbuk hidroksiapatit yang dihasilkan memiliki sifat nanokristalin, dengan distribusi ukuran yang relatif seragam. Keberadaan struktur dua fase hidroksiapatit  $\beta$ -TCP memberikan keuntungan dalam aplikasi biomedis, karena fase  $\beta$ -TCP dapat meningkatkan laju biodegradasi dan memperbaiki interaksi material dengan jaringan biologis, sedangkan hidroksiapatit berperan menjaga kestabilan struktural dan sifat osteokonduktif. Kombinasi proses kalsinasi dan hidrotermal terbukti efektif dalam menghasilkan material dengan kemurnian tinggi, ukuran butir yang terkontrol, serta kristalinitas yang optimal. Dengan karakteristik tersebut, material yang dihasilkan dinilai potensial sebagai bahan baku pembuatan biokeramik, implan tulang, maupun *scaffold* untuk rekayasa jaringan keras, karena mampu mereplikasi struktur dan fungsi mineral alami tulang.

Dalam penelitian George dkk [19], serbuk tulang sapi dicampurkan dengan larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dan diproses secara hidrotermal pada suhu  $60\text{--}90^\circ\text{C}$ , kemudian dikalsinasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$ . Hasil XRD menunjukkan bahwa, pada suhu  $60\text{--}80^\circ\text{C}$  masih terdeteksi puncak  $\beta$ -TCP selain HA, sedangkan pada  $90^\circ\text{C}$  hanya fase hidroksiapatit yang muncul, menandakan tingkat kemurnian yang tinggi. Puncak-puncak XRD semakin tajam seiring peningkatan suhu, yang menunjukkan meningkatnya kristalinitas (dari sekitar 93,5% menjadi 97,7%), serta membesarnya ukuran kristalit (dari 80 menjadi 95 nm). Metode hidrotermal pada suhu rendah ini terbukti efektif dalam menghilangkan ketidakmurnian dan menghasilkan hidroksiapatit dengan struktur kristal yang baik.

Penelitian tulang sapi lokal yang melibatkan kalsinasi pada  $1000^\circ\text{C}$ , penggilingan, dan sintering pada  $900^\circ\text{C}$  menunjukkan melalui analisis XRD bahwa selama proses sintesis terjadi evolusi fasa kristal yang jelas, di mana tahap kalsinasi menghilangkan seluruh komponen organik dan menghasilkan fasa kalsium oksida (CaO) sebagai residu mineral yang stabil secara termal, sementara proses penggilingan meningkatkan homogenitas dan reaktivitas serbuk, sehingga pada tahap sintering CaO bereaksi kembali dengan fosfat membentuk fasa hidroksiapatit kristalin yang dominan. Hal ini ditunjukkan oleh kemunculan puncak-puncak karakteristik hidroksiapatit yang sesuai dengan data referensi JCPDS No. 09-0432 tanpa adanya fasa pengotor seperti TCP atau CaO tersisa, yang membuktikan bahwa kombinasi kalsinasi suhu tinggi dan sintering moderat mampu menghasilkan hidroksiapatit dengan kemurnian fase tunggal, kristalinitas tinggi, stabilitas termal baik, serta berpotensi besar sebagai bahan biokeramik untuk aplikasi medis dan rekayasa jaringan tulang [2].

## **4. Tantangan Penelitian Hidroksiapatit Dari Limbah Tulang**

### *Proses dan peralatan*

- Kontrol kondisi hidrotermal dan dekomposisi termal

Dalam penelitian yang dilakukan oleh Parahita dkk [20], menerapkan kombinasi metode alkali-hidrotermal dan dekomposisi termal untuk mengekstraksi hidroksiapatit dari limbah tulang sapi sebagai sumber alami kalsium dan fosfat. Proses diawali dengan perlakuan alkali menggunakan larutan basa kuat yang bertujuan menghilangkan komponen organik seperti kolagen, lemak, dan protein, sekaligus meningkatkan reaktivitas struktur tulang melalui pembukaan pori-porinya. Selanjutnya, material dikeringkan dan menjalani perlakuan panas secara bertahap pada rentang suhu  $400\text{--}1100^\circ\text{C}$ . Pengendalian

suhu pada tahap ini, menjadi parameter kunci karena sangat memengaruhi pembentukan fase kristal, ukuran butir, serta tingkat kemurnian hidroksiapatit yang dihasilkan. Pada suhu menengah sekitar 600–800 °C, hasil analisis XRD, menunjukkan terbentuknya fase awal hidroksiapatit yang masih disertai sejumlah kecil fase amorf dan residu kalsium fosfat. Ketika suhu kalsinasi ditingkatkan hingga melampaui 900 °C, pola difraksi memperlihatkan puncak yang semakin tajam, mengindikasikan peningkatan kristalinitas dan pembentukan struktur hidroksiapatit yang lebih sempurna [6].

Meskipun peningkatan kristalinitas tersebut mencerminkan kestabilan termal yang baik, Parahita dkk, menekankan bahwa kondisi ini juga menyebabkan penurunan porositas dan luas permukaan spesifik material. Kedua parameter tersebut berperan penting dalam menentukan bioaktivitas hidroksiapatit, karena porositas yang memadai diperlukan untuk mendukung difusi nutrien, adhesi dan proliferasi sel tulang (osteoblas), serta pembentukan jaringan tulang baru. Oleh karena itu, kristalinitas yang tinggi tidak selalu berbanding lurus dengan performa biologis terbaik, khususnya pada aplikasi implan atau *scaffold* yang menuntut keseimbangan antara kekuatan mekanik dan respons biologis. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa pemilihan suhu proses, yakni sekitar 700–900°C, mampu menghasilkan hidroksiapatit dengan tingkat kristalinitas yang cukup tinggi sekaligus mempertahankan porositas dan bioaktivitas yang optimal. Dengan demikian, pengendalian parameter termal secara tepat menjadi aspek penting dalam produksi hidroksiapatit berbasis limbah tulang sapi yang sesuai untuk aplikasi implan, *bone graft*, maupun *scaffold* dalam rekayasa jaringan tulang [20].

#### - Penanganan peralatan bersuhu tinggi

Menurut Prof. Junaidi [21], penggunaan furnace pada suhu tinggi, khususnya di kisaran 1000 °C, sering menghadapi kendala teknis, seperti kerusakan elemen pemanas dan ketidakstabilan temperatur. Masalah tersebut tidak hanya menghambat kelancaran proses ekstraksi hidroksiapatit dari limbah tulang sapi, tetapi juga memengaruhi konsistensi hasil yang diperoleh. Kondisi ini menuntut pemeliharaan peralatan, yang lebih intensif serta pengawasan operasional yang ketat untuk memastikan kestabilan proses. Tantangan tersebut menjadi aspek penting dalam penelitian berbasis termal, karena keterbatasan infrastruktur laboratorium dapat menghambat replikasi penelitian maupun pengembangan skala produksi di masa mendatang.

### Karakteristik dan Kualitas Produk

#### - Rasio Ca/P dan kristalinitas

Beberapa studi, seperti yang dilaporkan oleh Parahita dkk [20], menunjukkan bahwa rasio kalsium terhadap fosfor (Ca/P) pada hidroksiapatit hasil ekstraksi dari limbah tulang sapi berada pada kisaran 1,68 hingga 1,84, yang sedikit menyimpang dari rasio stoikiometri ideal hidroksiapatit murni, yaitu sekitar 1,67. Penyimpangan rasio tersebut mengindikasikan adanya variasi komposisi kimia yang dapat memengaruhi struktur kristal serta sifat fungsional material. Ketidakesesuaian ini umumnya dipengaruhi oleh perubahan suhu kalsinasi, yang berperan dalam proses dekomposisi senyawa organik dan pembentukan fase kristalin. Variasi suhu tidak hanya memengaruhi ukuran dan keteraturan kristal, tetapi juga dapat menyebabkan penurunan porositas yang pada akhirnya berdampak pada bioaktivitas, serta kemampuan hidroksiapatit untuk berintegrasi dengan jaringan biologis. Dengan demikian, pengendalian rasio Ca/P menjadi aspek penting untuk memastikan kualitas dan performa biologis produk akhir [6].

#### - Substitusi ion karbonat dan struktur kristal

Limbah tulang alami, seperti tulang sapi, secara alami mengandung gugus karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) yang terintegrasi dalam struktur hidroksiapatit. Kehadiran gugus karbonat ini diketahui, dapat meningkatkan biokompatibilitas material karena komposisinya lebih menyerupai mineral tulang manusia. Namun, substitusi ion karbonat ke dalam struktur kristal hidroksiapatit, baik pada posisi ion fosfat (tipe B) maupun ion hidroksida (tipe A), dapat menimbulkan distorsi pada struktur kristalin serta memengaruhi morfologi dan stabilitas termalnya. Kondisi tersebut menyebabkan perubahan pada sifat fisikokimia hidroksiapatit, seperti kristalinitas, ukuran partikel, dan rasio Ca/P. Oleh karena itu, karakterisasi material secara menyeluruh menggunakan teknik FTIR dan XRD, sangat diperlukan untuk memastikan bahwa struktur yang terbentuk memenuhi standar aplikasi medis dan tidak mengurangi performa biologisnya, terutama pada aplikasi akhir seperti implan tulang maupun gigi [19].

### Skala Yield

#### - Rendemen dan efisiensi proses

Beberapa penelitian melaporkan bahwa rendemen (*yield*) hidroksiapatit, hasil ekstraksi limbah tulang sapi menggunakan metode termal berkisar antara 48% hingga 68%, tergantung pada parameter proses yang digunakan. Studi yang dilakukan oleh Universitas Udayana (UNUD) melaporkan *yield* sebesar 68,8%,

sedangkan penelitian dari Universitas Tadulako memperoleh sekitar 48,5%. Variasi ini menunjukkan adanya pengaruh signifikan dari suhu, waktu proses, serta perlakuan awal bahan terhadap hasil akhir. Meskipun peningkatan suhu dan waktu proses dapat meningkatkan kristalinitas dan kemurnian hidroksiapatit, kondisi tersebut tidak selalu berbanding lurus dengan peningkatan jumlah produk, sehingga diperlukan keseimbangan antara efisiensi dan kualitas. Dengan demikian, optimasi proses tetap menjadi tantangan utama untuk memperoleh hidroksiapatit berkualitas tinggi dengan rendemen maksimal tanpa mengorbankan sifat fungsional maupun biokompatibilitasnya [20].

- Variasi metode pra-kalsinasi

Beberapa metode yang umum digunakan dalam proses ekstraksi hidroksiapatit dari limbah tulang sapi, seperti macerasi dengan alkohol, perlakuan alkali-hidrotermal, dan metode presipitasi, memerlukan waktu reaksi yang relatif panjang, yaitu sekitar 3 hingga 12 jam, serta suhu pemanasan yang tinggi yang umumnya mencapai atau melebihi 800°C. Variasi pada parameter suhu dan waktu tersebut, secara signifikan memengaruhi sifat akhir hidroksiapatit yang dihasilkan, termasuk kristalinitas, ukuran partikel, porositas, dan rasio Ca/P. Ketidaktepatan kondisi proses dapat menghasilkan hidroksiapatit dengan kualitas yang kurang optimal untuk aplikasi biomedis. Oleh karena itu, optimasi setiap parameter operasional menjadi sangat penting, meskipun kompleks, karena diperlukan keseimbangan antara efisiensi waktu, konsumsi energi, dan kualitas produk yang diharapkan. Tantangan ini menuntut pendekatan eksperimental yang sistematis dan berulang guna memperoleh hasil yang konsisten serta memenuhi standar aplikasi klinis [22].

## 5. Pembahasan

### *Perbandingan dengan Metode Lain*

Penelitian menunjukkan bahwa sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi menggunakan metode hidrotermal menghasilkan pola XRD dengan puncak difraksi tajam pada sudut  $2\theta$  sekitar 25.9°, 31-34°, dan 39-40° yang mengindikasikan kristalinitas tinggi dan fasa hidroksiapatit murni hexagonal, sementara SEM mengungkapkan morfologi butiran bulat merata berukuran <1-10  $\mu\text{m}$  dengan pori-pori kecil dan permukaan homogen setelah kalsinasi 750-900°C [6]. Sebaliknya, metode kalsinasi atau *alkaline hydrolysis* menghasilkan XRD dengan kristal yang kurang sempurna pada suhu rendah (400-800°C), karena residu organik, meskipun puncak hidroksiapatit muncul lebih tajam pada 1100°C, dan SEM menunjukkan agregat butiran kasar berpori besar (>10  $\mu\text{m}$ ) yang mengecil seiring peningkatan suhu, dengan rasio Ca/P mendekati 1.67-1.99. Perbandingan ini menegaskan keunggulan hidrotermal dalam menghasilkan kristal hidroksiapatit lebih murni dan morfologi biomimetik untuk aplikasi biomaterial, dibandingkan metode termal konvensional yang memerlukan suhu lebih tinggi untuk kemurnian serupa [23].

Sedangkan, Studi RSC Advances oleh Sundareswari dkk [24], membandingkan berbagai metode ekstraksi hidroksiapatit dari tulang, termasuk metode subkritis pada suhu 275 °C selama 1 jam dan proses alkali-hidrotermal pada suhu 250 °C selama 5 jam dengan menggunakan larutan NaOH 25%. Hasil dari proses alkali-hidrotermal, menunjukkan pembentukan partikel hidroksiapatit berbentuk nanoflakes dengan rasio Ca/P sekitar 1,86 serta tingkat kemurnian yang baik. Sebaliknya, metode subkritis menghasilkan nanostruktur berbentuk flakes dengan rasio Ca/P sekitar 1,56, yang menunjukkan adanya variasi morfologi dan komposisi kimia bergantung pada metode ekstraksi yang digunakan. Perbedaan ini mengindikasikan, bahwa proses alkali-hidrotermal lebih efektif dalam menghasilkan hidroksiapatit dengan struktur kristal yang lebih murni dan kimia yang lebih mendekati formula stoikiometri dibandingkan metode subkritis yang lebih rendah tingkat kemurniannya dan mengalami sedikit defisiensi kalsium.

Metode hidrotermal memiliki keunggulan dalam menghasilkan hidroksiapatit berukuran nano. Metode hidrotermal dikenal sebagai, salah satu teknik sintesis hidroksiapatit yang unggul dalam menghasilkan material, dengan morfologi yang terkontrol dan tingkat bioaktivitas yang tinggi. Proses ini berlangsung pada suhu yang relatif rendah, dibandingkan metode kalsinasi konvensional, sehingga lebih hemat energi, ramah lingkungan, dan dapat menghasilkan partikel hidroksiapatit dengan ukuran nanoskopik, serta distribusi bentuk yang seragam. Kondisi hidrotermal memungkinkan terjadinya proses rekristalisasi yang homogen di lingkungan tertutup bertekanan tinggi, yang mendukung terbentuknya struktur kristal dengan tingkat keteraturan tinggi. Selain itu, penggunaan larutan alkali dalam proses hidrotermal berfungsi sebagai media yang mempercepat pertukaran ion dan membantu menghilangkan pengotor, sehingga meningkatkan kemurnian dan homogenitas fasa hidroksiapatit yang dihasilkan. Hasilnya adalah hidroksiapatit berkristal halus dengan morfologi yang terarah, luas permukaan tinggi, serta kemampuan biointeraksi yang optimal terhadap jaringan tulang [2].

Namun demikian, metode hidrotermal memiliki kekurangan utama pada kompleksitas proses dan sensitivitas parameter reaksinya. Faktor-faktor seperti suhu, tekanan, waktu reaksi, pH larutan, dan konsentrasi prekursor harus dikontrol dengan sangat ketat agar menghasilkan fasa dan morfologi yang

diinginkan. Variasi kecil pada parameter tersebut dapat memengaruhi ukuran kristalit, rasio Ca/P, maupun kemurnian produk akhir [2]. Di sisi lain, metode kalsinasi menawarkan keuntungan dari sisi kesederhanaan dan kemudahan operasional, karena hanya memerlukan tahap pemanasan dengan kontrol yang relatif lebih mudah. Metode ini mampu menghasilkan hidroksiapatit dengan tingkat kemurnian tinggi dan kristalinitas yang baik, terutama ketika digunakan untuk memurnikan tulang alami atau sumber kalsium fosfat biogenik. Akan tetapi, metode kalsinasi memerlukan suhu sangat tinggi, biasanya di atas 900 °C, yang menyebabkan pertumbuhan butir berlebihan sehingga menghasilkan partikel berukuran besar dan morfologi tidak terkontrol. Kondisi ini dapat menurunkan luas permukaan spesifik dan berpotensi memengaruhi sifat biologis material, seperti bioresorpsi dan kemampuan adhesi dengan jaringan tulang. Dengan demikian, pemilihan metode sintesis hidroksiapatit perlu disesuaikan dengan tujuan aplikasi, metode hidrotermal lebih ideal untuk menghasilkan hidroksiapatit nano dengan bioaktivitas tinggi, sedangkan metode kalsinasi lebih efisien untuk produksi hidroksiapatit dalam skala besar dengan kemurnian tinggi [10].

### *Prospek Masa Depan*

Penelitian mengenai ekstraksi hidroksiapatit dari limbah tulang sapi menggunakan metode hidrotermal memiliki prospek masa depan yang sangat menjanjikan, baik dari segi ilmiah maupun aplikatif. Metode hidrotermal terbukti mampu menghasilkan partikel hidroksiapatit berukuran nano dengan morfologi yang menyerupai struktur mineral tulang manusia, sehingga meningkatkan bioaktivitas, biokompatibilitas, serta kemampuan integrasi dengan jaringan keras tubuh. Keunggulan utama pendekatan ini terletak pada kondisi sintesis yang relatif bersuhu rendah dibandingkan metode kalsinasi konvensional, sehingga lebih efisien secara energi, ekonomis, dan ramah lingkungan. Selain itu, parameter proses hidrotermal seperti suhu, pH, tekanan, dan waktu reaksi dapat dikontrol secara akurat, memungkinkan pengaturan morfologi, derajat kristalinitas, serta rasio Ca/P yang berpengaruh langsung terhadap performa fungsional material [25].

Hidroksiapatit yang dihasilkan melalui metode hidrotermal memiliki peluang aplikasi yang luas dalam bidang biomedis modern, di antaranya sebagai *scaffold* untuk rekayasa jaringan tulang, material dalam sistem penghantaran obat, lapisan pelapis pada implan logam untuk meningkatkan osteointegrasi, serta sebagai bahan pengisi defek tulang dan implan biodegradabel berbasis komposit. Karakteristik nanoskala dan sifat bioresorptif dari hidroksiapatit ini memungkinkan terbentuknya ikatan kimia langsung antara implan dan jaringan tulang alami, sekaligus mempercepat proses regenerasi jaringan. Di sisi lain, pemanfaatan limbah tulang sapi sebagai sumber kalsium–fosfat memberikan nilai tambah terhadap bahan buangan, sekaligus mendukung konsep ekonomi sirkular, pengurangan limbah biologis, dan keberlanjutan lingkungan. Seiring berkembangnya teknologi material dan metode karakterisasi yang semakin maju, penelitian selanjutnya dapat diarahkan pada optimasi kondisi hidrotermal guna memperoleh keseimbangan optimal antara morfologi, kemurnian, dan aktivitas biologis, sehingga hidroksiapatit berbasis limbah hewani ini berpotensi bersaing dengan material sintetik konvensional dan diaplikasikan secara luas dalam rekayasa biomedis berkelanjutan [25].

### *Rekomendasi Penelitian*

Analisis kandungan hidroksiapatit dalam tulang sapi dapat dilakukan melalui berbagai metode yang relatif sederhana, namun mampu menghasilkan data yang komprehensif. Berdasarkan tujuan penelitian, beberapa rekomendasi analisis yang dapat dilakukan selama proses penelitian adalah sebagai berikut.

#### - Analisis Rasio Ca/P

Analisis rasio Ca/P dilakukan untuk menentukan perbandingan kalsium dan fosfor dalam tulang sapi sebagai indikator utama keberadaan dan kemurnian hidroksiapatit. Rasio Ca/P yang mendekati nilai stoikiometrik hidroksiapatit ( $\pm 1,67$ ) menunjukkan karakter mineral yang sesuai dengan hidroksiapatit alami. Analisis ini dapat dilakukan menggunakan metode XRF atau *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) pada sampel tulang sebelum dan sesudah perlakuan termal guna mengevaluasi perubahan komposisi unsur akibat proses pemanasan [26].

#### - Pengaruh Suhu Terhadap Struktur Kristal Hidroksiapatit

Pengaruh suhu terhadap struktur kristal hidroksiapatit dianalisis untuk mengetahui peran variasi suhu pemanasan, misalnya 150, 200, dan 250 °C, terhadap pembentukan dan tingkat kristalinitas hidroksiapatit dalam tulang sapi. Peningkatan suhu pemanasan umumnya berpengaruh terhadap pertumbuhan kristal dan pengurangan fase amorf. Analisis dilakukan menggunakan XRD, untuk mengidentifikasi fase dan derajat kristalinitas, serta dapat dilengkapi dengan SEM, untuk mengamati perubahan morfologi permukaan akibat perlakuan suhu [27].



- Analisis Gugus Fungsi Hidroksiapatit

Analisis ini bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi utama penyusun hidroksiapatit, seperti hidroksil ( $-OH$ ), fosfat ( $PO_4^{3-}$ ), dan karbonat ( $CO_3^{2-}$ ), yang mencerminkan karakteristik bioapatit alami [22]. Keberadaan gugus karbonat juga dapat menunjukkan terjadinya substitusi ionik dalam struktur hidroksiapatit. Analisis ini dilakukan menggunakan *FTIR* pada sampel tulang sebelum dan sesudah proses ekstraksi untuk mengevaluasi perubahan fase organik dan anorganik [26].

- Pengaruh Metode Ekstraksi (Hidrotermal vs Kalsinasi)

Pengaruh dari metode pada proses penelitian dianalisis untuk membandingkan kualitas hidroksiapatit yang dihasilkan dari kedua metode tersebut. Metode hidrotermal umumnya menghasilkan partikel dengan kristalinitas yang lebih baik pada suhu relatif rendah, sedangkan kalsinasi berperan dalam menghilangkan fase organik dan meningkatkan kemurnian mineral. Produk hidroksiapatit yang dihasilkan dari masing-masing metode, selanjutnya dianalisis menggunakan XRD, FTIR, dan SEM untuk menilai perbedaan struktur kristal, gugus fungsi, dan morfologi partikel [3].

- Karakterisasi, Ukuran Partikel, dan Morfologi Hidroksiapatit

Karakterisasi, ukuran, dan morfologi sangat penting, pengujian untuk ketiga hal ini dapat dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran dan bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan, karena parameter ini sangat berpengaruh terhadap sifat mekanik dan bioaktivitas material. Hidroksiapatit dengan ukuran partikel mikro hingga nano memiliki potensi lebih besar untuk aplikasi biomedis, seperti implan tulang dan bahan pengisi. Analisis ukuran dan morfologi partikel dapat dilakukan menggunakan *SEM* atau *Transmission Electron Microscope* (TEM) [5].

- Uji Kelarutan Hidroksiapatit dalam Larutan Asam Lemah

Pengujian ini bertujuan untuk menilai stabilitas hidroksiapatit dalam kondisi yang menyerupai lingkungan fisiologis dengan pH rendah. Uji ini penting untuk mengevaluasi ketahanan hidroksiapatit terhadap degradasi kimia serta potensi pelepasan ion kalsium. Metode yang digunakan meliputi perendaman sampel hidroksiapatit dalam larutan asam asetat encer, kemudian konsentrasi ion  $Ca^{2+}$  yang terlarut dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) sebagai indikator tingkat kelarutan material [19].

## 6. Daftar Pustaka

- [1] H. A. Suratman, H. P. Wijaksono, H. and S. Fauziyah, "Pemanfaatan Limbah Tulang Sapi dan Kaca Sebagai Substitusi Parsial Semen Terhadap Bata Beton Pejal," *Jurnal Sipil dan Arsitektur*, pp. 46-54, 2023.
- [2] M. S. Haruda, A. Fadli and S. R. Yenti, "Pengaruh pH dan Waktu Reaksi Pada Sintesis Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Presipitasi," *Jurnal Online Mahasiswa (JOM) Fakultas Teknik, Universitas Riau*, p. Volume 3, 2016.
- [3] M. S. Hossain, M. N. Uddin, S. Sarkar and S. Ahmed, "Crystallographic Dependency of Waste Bone, Hydroxyapatite, and B-Tricalcium Phosphate for Biomedical Application," *Journal of Saudia Chemical Society*, 2022.
- [4] A. M. Elhadad, Pengaruh Suhu Hidrotermal dalam Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dengan Memanfaatkan Potensi Udang Papai (*Acetes Erythraeus*) Sebagai Sumber Kalsium, Jambi: Universitas Jambi, 2021.
- [5] A. F. Setiawan, "Pengaruh Natrium Hidroksida Pada Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang," *Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya*, pp. 41-148, 2023.
- [6] A. B. Wijanarko and M. A. Irfai, "Studi Temperatur Hidrotermal Pada Sintesis Hidroksiapatit yang Berasal dari Tulang Sapi Untuk Aplikasi Biomaterial," *Jurnal Teknik Mesin (JTM), Fakultas Teknik, Universitas Negeri Surabaya*, p. Volume 12 Nomor 1, 2023.
- [7] Alimuddin and S. Rahayu, "Eksplorasi Limbah Tulang Sapi sebagai Sumber Biomaterial Hidroksiapatit," *Kappa Journal*, pp. 357-365, 2019.
- [8] F. Afifah and S. E. Cahyaningrum, "Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi (Bos Taurus) Menggunakan Teknik Kalsinasi Synthesis and Characterization Of Hydroxyapatite From Cow Bones (Bos Taurus) Using Calcination Techniques," *UNESA Journal of Chemistry*, pp. 189-196, 2020.

- [9] F. Fitriyana , R. Ismail, A. P. Bayuseno, J. P. Siregar and T. Cionata, "Characterization of Hydroxyapatite Extracted from Crab Shell Using the Hydrothermal Method with Varying Holding Times," *Journal of Renewable Materials*, pp. 1145-1163, 2024.
- [10] M. N. A. S. Puad, P. Koshy, H. Z. Abdullah, M. I. Idris and T. C. Lee, "Syntheses of Hydroxyapatite from Natural sSurces," *Elsevier* , pp. 1-14, 2019.
- [11] A. B. Wijanarko and M. A. Irfa'i, "Studi Temperatur Hidrotermal Pada Sintesis Hidroksiapatit yang Berasal dari Tulang Sapi Untuk Aplikasi Biomaterial," *JTM* , pp. 1-6, 2023.
- [12] Ikhsan, Gunawarman and Y. Yetri, "Karakteristik Hidroksiapatit (HA) Dari Limbah Tulang Sapi dengan Metode Mekanik-Termal," *Poli Rekayasa*, pp. 43-53, 2018.
- [13] M. Rana, S. Akhtar, H. M. Rahman, Jarnil and Asadubazzaman, "Extraction of Hydroxyapatite from Bovine and Human Cortical Bone by Thermal Decomposition and Effect of Gamma Radiation: A Comparative Study," *International Journal of Complementary and Alternative Medicine*, pp. 1-2, 2017.
- [14] V. Amalia, E. P. Hadisantoso, Hidayat, Diba, Dermawan and Tsaniyah, "Isolasi dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Hewan.," *ALCHEMY Journal of Chemistry*, pp. 114-115, 2017.
- [15] M. N. Hossain, Uddin, S. Sarkar and S. Ahmed, "Crystallographic Dependency of Wate Cow Bone Hydroxyapatite and Tricalcium Phosphate for Biomedical Application," *Journal of Saudi Chemical Society* , 2022.
- [16] F. Afifah and S. E. Cahyaningrum, "Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from Cow Bones (Bos Taurus) Using Calcination Techniques," *UNESA Journal of Chemistry*, pp. 189-196, 2020.
- [17] E. Kusrini and M. Sontang, "Characterization of X-Ray Diffraction and Electron Spin Resonance: Effects of Sintering Time and Temperature on Bovine Hydroxyapatite," *Radiation Physics and Chemistry*, pp. 118-125, 2017.
- [18] S. Kusnieruk, E. Wojnarowska, J. Szaniawska and J. Grezesiak, "Influence of Hydrothermal Synthesis Parameters on the Properties of Hydroxyapatite Nanoparticles," *Beilstein Journal of Nanotechnology*, pp. 1586-1601, 2016.
- [19] S. George, D. Mehta and V. K. Saharan, "Application of Hydroxyapatite and its Modified form as Adsorbents for Water Defluoridation: An Insight Into Pocess Synthesis," *Reviews in Chemical Engineering*, pp. 369-400, 2020.
- [20] Parahita, I. Simpen and N. M. Suastuti, "Ekstraksi dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Kerajinan Tulang Sapi Menggunakan Metode Kombinasi Kalsinasi dan Refluks," *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)*, 2016.
- [21] J. Khotib , M. A. Gani , A. S. Budiatin, M. L. A. D. Lestari, E. Rahadiansyah and Ardianto, "Signaling Pathway and Transcriptional Regulation in Osteoblasts During Bone Healing: Direct Involvement of Hydroxyapatite as a Biomaterial," *Pharmaceuticals*, p. 615, 2021.
- [22] J. K. Odusote, Y. Danyou, A. D. Baruwa and A. A. Azeez, "Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite from Bovine Bone for Production of Dental Implants," *Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials*, 2019.
- [23] A. H. Dom, S. Rezadin and T. A. Rahim, "Influence of Calcination Temperature on the Physicochemical Properties of Synthesized Hydroxyapatite from Cow Bone Waste," *Journal of Advanced Research in Micro and Nano Engineering*, pp. 115-127, 2024.
- [24] M. Sundareswari, K. Ravichandran, M. B. Latha and S. Sagedavan, "Tailoring the Morphological Features of Sol–Gel Synthesized Mesoporous Hydroxyapatite Using Fatty Acids as an Organic Modifier," *Royal Society of Chemistry*, pp. 6228-6240, 2019.
- [25] A. R. Noviyanti, "Pembuatan Komposit Hidroksiapatit-Titanium Dioksida dari Tulang Sapi dengan Metode Hidrotermal," *Crystals*, p. 1599, 2022.
- [26] D. Asmi, "Sintesis dan Karakterisasi Biohidroksiapatit dari Tulang Sapi," *Jurnal Semirata*, 2020.