

**POTENSI HIDROKSIAPATIT TERKARBONASI YANG DISINTESIS
DARI *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) DENGAN
METODE HIDROTHERMAL UNTUK PENJERNIHAN AIR GAMBUT**

SKRIPSI SARJANA KIMIA

Oleh:

SITI AMIRAH

NIM : 1810413010



**PROGRAM SARJANA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2022**

**POTENSI HIDROKSIAPATIT TERKARBONASI YANG DISINTESIS
DARI *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) DENGAN
METODE HIDROTHERMAL UNTUK PENJERNIHAN AIR GAMBUT**

SKRIPSI SARJANA KIMIA

Oleh:

SITI AMIRAH

NIM : 1810413010



Skripsi ini diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
pada Program Sarjana Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Andalas

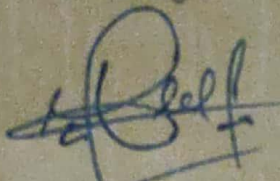
**PROGRAM SARJANA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2022**

LEMBARAN PENGESAHAN

Potensi Hidroksiapatit Terkarbonasi Yang Disintesis Dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Dengan Metode Hidrotermal Untuk Penjernihan Air Gambut skripsi oleh Siti Amirah (NIM: 1810413010) diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata-1/S1) pada Program Sarjana Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas, dan telah diuji pada tanggal: 29 Juli 2022

Disetujui oleh :

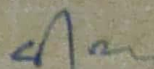
Pembimbing I



Dr. Eng. Majal Fajri Alif

NIP. 198207242014041002

Pembimbing II

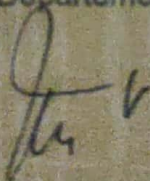


Prof. Dr. Syukri Arief, M. Eng

NIP. 196609181991031005

Mengetahui,

Ketua Departemen Kimia



Prof. Dr. Mai Efdi

NIP. 197205201999031003

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa Skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Padang, 03 Agustus 2022



Siti Amirah

INTISARI

POTENSI HIDROKSIAPATIT TERKARBONASI YANG DISINTESIS DARI *PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE* (PCC) DENGAN METODE HIDROTHERMAL UNTUK PENJERNIHAN AIR GAMBUT

Oleh:

Siti Amirah (NIM: 1810413010)

Dr. Eng. Matlal Fajri Alif*; Prof. Dr. Syukri Arief, M. Eng**

*Pembimbing I, **Pembimbing II

Hidroksiapatit (HAp) dapat digunakan sebagai adsorben dalam penjernihan air gambut. Pada penelitian ini HAp disintesis dari bahan baku *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). HAp disintesis dengan metoda hidrotermal menggunakan *autoclave* pada suhu 180°C. PCC dikalsinasi dengan variasi suhu 900°C dan 1000°C untuk membandingkan CaO yang lebih baik untuk hasil sintesis HAp dalam penjernihan air gambut. Penentuan kristalinitas dan fasa hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), rasio Ca/P HAp dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF), gugus fungsi HAp dikarakterisasi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), morfologi permukaan dari HAp dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX). Fase kristal hidroksiapatit terbentuk pada hasil sintesis yang sesuai dengan Standar HAp ICSD-157481 pada XRD. Kristalinitas diperoleh sebesar 90,93% (HAp 900) dan 89,84% (HAp 1000). Rasio Ca/P yang dianalisa oleh XRF pada HAp 900 diperoleh sebesar 1,54 dan pada HAp 1000 sebesar 1,52. Sedangkan Rasio Ca/P yang didapatkan dari analisa SEM-EDX pada HAp 900 sebesar 1,57 dan pada HAp 1000 sebesar 1,56. Pada spektrum FTIR HAp 900 terdapat gugus fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 478,04 cm^{-1} ; 564,35 cm^{-1} ; dan 1023,54 cm^{-1} ; sedangkan pada HAp 1000 terdapat gugus fosfat pada bilangan gelombang 476,63 cm^{-1} ; 563,82 cm^{-1} ; dan 1025,85 cm^{-1} . Morfologi HAp 900 dan HAp 1000 dari hasil SEM terlihat struktur yang berpori dan berbentuk gumpalan. Terdapat pergeseran bilangan gelombang pada hasil FTIR setelah penjernihan air gambut yang menandakan terjadinya interaksi antara HAp dengan senyawa organik pada air gambut. Kemampuan penjernihan air gambut oleh hidroksiapatit dicapai pada kondisi optimum yaitu dengan pH 2 pada air gambut, waktu kontak 1 jam, serta massa HAp 1 g. Persentase penurunan absorban air gambut pada semua kondisi optimum yaitu 64,42% pada HAp 900 dan 79,50% pada HAp 1000.

Kata Kunci: Air gambut, Hidroksiapatit, Hidrotermal, PCC, Penjernihan

ABSTRACT

POTENTIAL CARBONATED HYDROXYPATITE SYNTHESIS FROM PRECIPITATED CALCIUM CARBONATE (PCC) WITH HYDROTHERMAL METHOD FOR PEAT WATER PURIFICATION

Oleh:

Siti Amirah (NIM: 1810413010)

Dr. Eng. Matlal Fajri Alif*; Prof. Dr. Syukri Arief, M. Eng*

*Supervisor I, **Supervisor II

Hydroxyapatite (HAp) can be used as an adsorbent in the purification of peat water. In this study, HAp was synthesized from Precipitated Calcium Carbonate (PCC). HAp was synthesized by hydrothermal method using autoclave at 180°C. PCC was calcined with various temperatures of 900°C and 1000°C to compare the better CaO for HAp synthesis in peat water purification. The crystallinity and phase determination of the synthesized product were characterized using X-Ray Diffraction (XRD), the Ca/P HAp ratio was characterized by X-Ray Fluorescence (XRF), the HAp functional group was characterized by Fourier Transform Infra Red (FTIR), the surface morphology of HAp was characterized using Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX). The crystalline phase of hydroxyapatite was formed in the synthesis product in accordance with the ICSD-157481 HAp Standard on XRD. The crystallinity obtained was 90.93% (HAp 900) and 89.84% (HAp 1000). The Ca/P ratio analyzed by XRF at HAp 900 was 1.54 and at HAp 1000 was 1.52. While the Ca/P ratio obtained from SEM-EDX analysis at HAp 900 was 1.57 and at HAp 1000 was 1.56. In the FTIR spectrum of HAp 900 there is a phosphate group (PO_4^{3-}) at a wave number of 478.04 cm^{-1} ; 564.35 cm^{-1} ; and 1023.54 cm^{-1} ; while in HAp 1000 there is a phosphate group at a wave number of 476.63 cm^{-1} ; 563.82 cm^{-1} ; and 1025.85 cm^{-1} . The morphology of HAp 900 and HAp 1000 from the SEM results showed a porous and had agglomeration. There is a shift in wave number in the FTIR results after peat water purification which indicates the interaction between HAp and organic compounds in peat water. The ability to purify peat water by hydroxyapatite is achieved at optimum conditions with a pH 2 in peat water, contact time 1 hour, and a mass of 1 g of HAp. The percentage decrease in the absorption of peat water in all optimum conditions was 64.42% at HAp 900 and 79.50% at HAp 1000.

Keywords: Peat water, Hydroxyapatite, Hydrothermal, PCC, Purification

UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan rahmat, nikmat, serta karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **Potensi Hidroksiapatit Terkarbonasi Yang Disintesis Dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Dengan Metode Hidrotermal Untuk Penjernihan Air Gambut.**

Pada penulisan skripsi ini penulis mendapatkan banyak bimbingan, arahan, doa dan semangat dari banyak pihak, pada kesempatan kali ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Kedua orangtua penulis, Ayah dan Ibu yang selalu memberikan dukungan dan doa terbaik kepada penulis sehingga mampu menyelesaikan skripsi ini, serta senantiasa memotivasi penulis agar semangat untuk meraih cita-cita. Dan Sadara laki-laki yang selalu memberikan semangat dan motivasi kepada penulis,
2. Bapak Dr. Eng. Matlal Fajri Alif selaku dosen pembimbing I dan Bapak Prof. Dr. Syukri Arief, M.Eng selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing, memotivasi, dan mengarahkan penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Yeni Stiadi, M.S. selaku dosen pembimbing akademik yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama menjalankan studi S1 di Jurusan Kimia Unand.
4. Bapak Yulizar Yusuf, M.S., Ibu Prof. Dr. Deswati, M.S., dan Ibu Prof. Dr. Yetria Rilda, M.S. selaku dosen penguji yang telah memberikan saran, masukan dan nasihat kepada penulis.
5. Bapak Dr. Syukri selaku Ketua Prodi Program Sarjana (S1) Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas .
6. Bapak Prof. Dr. Mai Efdi selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas yang telah memberikan Ilmu yang bermanfaat kepada penulis.
8. Bapak dan Ibu tenaga kependidikan dan Analis Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
9. Sahabat penulis Muhammad Fadhil yang telah memberikan dukungan dan motivasi serta menemani penulis selama perkuliahan.
10. Sahabat penulis Anggi Nabila Putri, Azizah Mulia Firda, Fajria Azzahra, Lisa Atri Yeni, Nadhifah Dwi Putri, Riska Astin Fitria, dan Wilda Putri Suhada, yang telah memberikan dukungan kepada penulis dan berbagi keluh kesah.

11. Sahabat penulis Riska Astin Fitria, Nurul Oktavyani Paino, dan Qarina Mardatillah yang kebersamaan penulis selama penelitian
12. Sahabat penulis Muhammad Farhan yang telah memberikan dukungan kepada penulis.
13. Sahabat penulis Fadhila Umami dan Mega Silvia Putri yang telah memberikan dukungan kepada penulis.
14. Sahabat BP (Annisa Rahmania dan Arief), dan teman-teman Kimia Angkatan 2018 (CA180N) yang telah menemani penulis selama perkuliahan .

Skripsi ini dibuat sesuai dengan aturan penulisan yang telah ditetapkan, Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan segala bentuk saran, masukan, dan kritik yang membangun dari berbagai pihak. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi para pembaca.



Padang, 03 Agustus 2022

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBARAN PENGESAHAN.....	i
PERNYATAAN.....	ii
INTISARI.....	iii
ABSTRACT.....	iv
UCAPAN TERIMA KASIH.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG.....	xii
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Air Gambut.....	4
2.2 Asam Humat dan Asam Fulvat.....	5
2.3 Metode Adsorpsi dalam Penjernihan Air Gambut.....	6
2.4 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi.....	7
2.5 Hidroksiapatit.....	9
2.6 <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> (PCC).....	11
2.7 Metode Hidrotermal.....	12
2.8 <i>pH Point of Zero Charge</i> (pH_{pzc}).....	12
2.9 Spektrofotometer UV-Vis.....	12
2.10 Karakterisasi Material.....	14
2.10.1 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	14
2.10.2 Karakterisasi <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	15
2.10.3 Karakterisasi <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	16
2.10.4 Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	17
BAB III. METODE PENELITIAN.....	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	19
3.2 Alat dan Bahan.....	19
3.2.1 Alat.....	19
3.2.2 Bahan.....	19
3.3 Prosedur Kerja.....	19

3.3.1	Pembuatan Reagen.....	19
3.3.1.1	Pembuatan Larutan Asam Nitrat (HNO_3) 1M	19
3.3.1.2	Pembuatan Larutan Asam Nitrat (HNO_3) 0,1M	20
3.3.1.3	Pembuatan Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,1M	20
3.3.1.4	Pembuatan Larutan Kalium Klorida (KCl) 0,1M	20
3.3.2	Preparasi CaO dari <i>Precipitated Calcium Carbonate</i> (PCC)	20
3.3.3	Sintesis Hidroksiapatit	20
3.3.4	Karakterisasi Hidroksiapatit	20
3.3.5	Penentuan Nilai pH <i>Point of Zero Charge</i> (pH_{pzc})	21
3.3.6	Pengukuran Spektrum Serapan Air Gambut.....	21
3.3.7	Pengaruh pH Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut	21
3.3.8	Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penjernihan Air Gambut	21
3.3.9	Pengaruh Massa Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut	21
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		23
4.1	Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Hidrotermal	23
4.2	Hasil Kalsinasi dan Karakterisasi XRF Setelah Kalsinasi	24
4.3	Analisis SEM-EDX Sintesis Hidroksiapatit.....	26
4.4	Analisis XRD Sintesis Hidroksiapatit	28
4.5	Analisis XRF Sintesis Hidroksiapatit.....	29
4.6	Analisis FTIR Sintesis Hidroksiapatit.....	31
4.7	Analisis Nilai pH <i>Point of Zero Charge</i> (pH_{pzc}).....	32
4.8	Pengukuran Spektrum Serapan Air Gambut	33
4.7.1	Analisis spektrum serapan air gambut dengan spektrofotometri UV	33
4.7.2	Pengaruh pH Air Gambut terhadap Penjernihan Air Gambut	35
4.7.3	Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penjernihan Air Gambut	36
4.7.4	Pengaruh Massa Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut	37
4.9	Analisis FTIR Hidroksiapatit setelah Penjernihan	39
4.10	Mekanisme Penjernihan Air Gambut oleh Hidroksiapatit.....	40
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN		42
5.1	Kesimpulan	42
5.2	Saran	42
DAFTAR PUSTAKA.....		43
LAMPIRAN		48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Lokasi pengambilan air gambut	4
Gambar 2.2.	Model struktur asam humat	5
Gambar 2.3.	Model struktur asam fulvat	6
Gambar 2.4.	Struktur hidroksiapatit	9
Gambar 2.5.	Struktur hidroksiapatit heksagonal dan monoklinik	10
Gambar 2.6.	Skema spektrofotometer UV-Vis	14
Gambar 2.7.	Prinsip kerja XRD	14
Gambar 4.1.	Hasil sintesis hidroksiapatit	24
Gambar 4.2.	Morfologi permukaan hasil sintesis hidroksiapatit	26
Gambar 4.3.	Spektrum EDX hasil sintesis hidroksiapatit	27
Gambar 4.4.	Pola XRD hidroksiapatit	28
Gambar 4.5.	Spektrum FTIR hidroksiapatit	31
Gambar 4.6.	Grafik nilai pH_{pzc}	32
Gambar 4.7.	Spektrum UV air gambut sebelum dan sesudah penjernihan	34
Gambar 4.8.	Pengaruh variasi pH terhadap penurunan absorban air gambut menggunakan HAp 900 dan HAp 1000	36
Gambar 4.9.	Hasil penjernihan air gambut dengan variasi pH pada air Gambut 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7	36
Gambar 4.10.	Pengaruh variasi waktu kontak terhadap penurunan absorban air gambut menggunakan HAp 900 dan HAp 1000	37
Gambar 4.11.	Hasil penjernihan air gambut dengan variasi waktu kontak 0,5 jam, 1 jam, 1,5 jam; 2 jam; dan 2,5 jam	37
Gambar 4.12.	Pengaruh variasi massa terhadap penurunan absorban air gambut menggunakan HAp 900 dan HAp 1000	38
Gambar 4.13.	Hasil penjernihan air gambut dengan variasi massa HAp 0,1 g; 0,5 g, 1 g, 1,5 g; dan 2 g	38
Gambar 4.14.	Perbandingan spektrum FTIR hidroksiapatit 900 dan 1000 sebelum dan sesudah penjernihan	39
Gambar 4.15.	Kemungkinan interaksi hidroksiapatit dengan senyawa organik pada air Gambut	40
Gambar 4.16.	Mekanisme adsorpsi asam fulvat ke permukaan hidroksiapatit	41



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Garam kalsium fosfat umum.....	11
Tabel 4.1. Data hasil XRF PCC setelah kalsinasi 900°C dan 1000°C.....	25
Tabel 4.2. Data Lol setelah kalsinasi 900°C dan 1000°C	25
Tabel 4.3. Data EDX hasil sintesis HAp 900 dan HAp 1000	27
Tabel 4.4. Kristalinitas dan ukuran kristal hasil sintesis hidroksiapatit	29
Tabel 4.5. Data XRF hasil sintesis HAp 900 dan HAp 1000	30
Tabel 4.6. Perbandingan hasil sintesis hidroksiapatit dengan menggunakan metoda hidrotermal oleh beberapa peneliti.....	30



DAFTAR LAMPIRAN

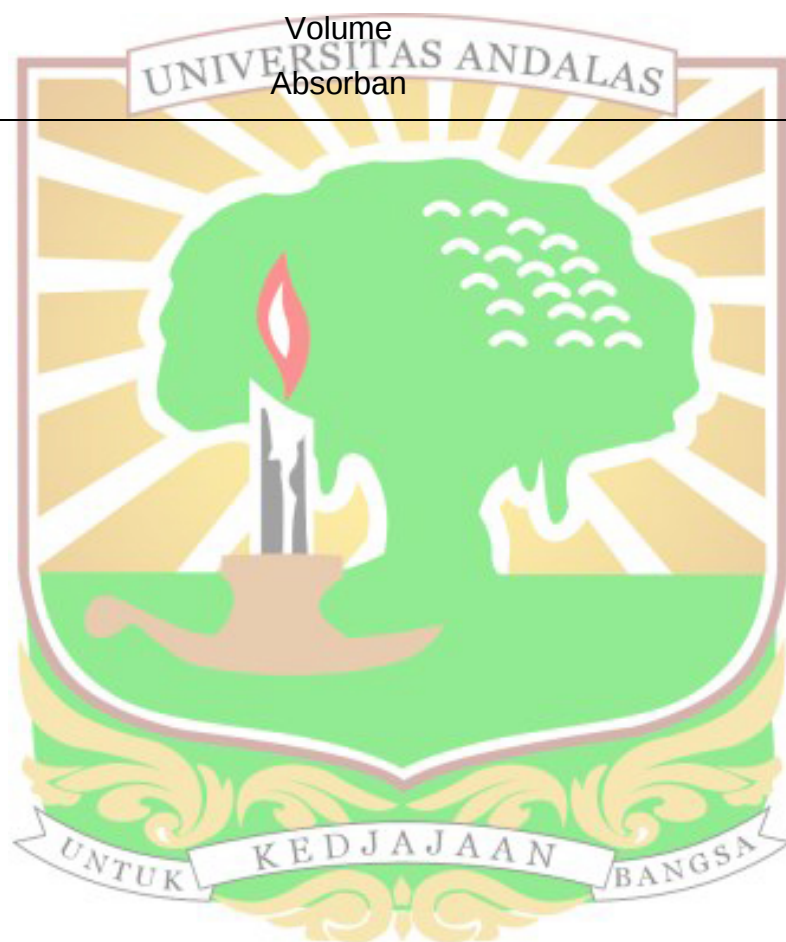
Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian	48
Lampiran 2. Perhitungan	53
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi	62
Lampiran 4. Hasil Spektrofotometer UV-Vis terhadap Penjernihan Air Gambut ...	70
Lampiran 5. Uji One Way Anova	72
Lampiran 6. Dokumentasi Peneltian	76



DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

Singkatan	Nama	Pemakaian Pertama Kali pada Halaman
PCC	<i>Precipitated Calcium Carbonate</i>	i
HAp	Hidroksiapatit	iii
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>	iii
XRF	<i>X-Ray Fluorescence</i>	iii
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>	iii
SEM-EDX	<i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i>	iii
pH	<i>Power of Hydrogen</i>	iii
C-HAp	Hidroksiapatit terkarbonasi	10
UV	Ultraviolet	12
CRT	<i>Cathode Ray Tube</i>	12
LoI	<i>Loss on Ignition</i>	25
ICSD	<i>Inorganic Crystal Structure Database</i>	28
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>	29
TTCP	<i>Tetrakalsium fosfat</i>	30
β -TCP	<i>Beta-Trikalsium fosfat</i>	30
Lambang	Nama	Pemakaian Pertama Kali pada Halaman
$^{\circ}\text{C}$	Derajat Celcius	iii
%	Per seratus	iii
cm	Centimeter	iii
>	Besar	1
nm	Nanometer	13
eV	Elektronvolt	14
MeV	Megaelektronvolt	14
kV	Kilovolt	17
μm	Mikrometer	19
M	Molar	19
mL	Milliliter	19
rpm	<i>(Revolution per minute)</i> Putaran per menit	20

g	gram	21
λ	Lamda (Panjang gelombang)	21
$\geq$	Besar atau sama dengan	24
W	<i>Weight</i> (Berat)	25
Θ	Theta	28
ρ	Rho (density)	53
Kg/L	Kilogram per liter	53
g/mol	Gram per mol	53
Mr	Massa molekul relative	53
V	Volume	53
A	Absorban	55



BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) merupakan produk pengolahan material alam yang mengandung kalsium karbonat yang dihasilkan dari proses presipitasi dengan kemurnian yang tinggi. Sintesis melalui pembentukan PCC memberikan hasil yang lebih murni, karena dalam pembentukan hidroksiapatit hampir selalu ditemukan senyawa apatit lain seperti *dicalcium phosphate*, *dibasic phosphate*, *tricalcium phosphate*, dan beberapa fase amorf dari *calcium phosphate*¹.

Sebagai material yang ramah lingkungan, hidroksiapatit memiliki banyak situs aktif, biaya rendah, kelarutan air rendah, dan stabilitas tinggi². Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan bahan kimia murni, bahan alam, atau biomaterial¹. Telah banyak upaya dilakukan pada sintesis hidroksiapatit melalui beberapa metode, seperti metode kimia basah³, metode kering⁴, proses hidrotermal⁵, dan sintesis sol-gel⁶. Perbedaan teknik yang digunakan dalam sintesis hidroksiapatit akan menghasilkan partikel hidroksiapatiti dengan karakter yang berbeda pula⁷.

Metode hidrotermal biasanya digunakan untuk mensintesis bubuk hidroksiapatit dalam industri kimia⁸. Sintesis hidrotermal didefinisikan sebagai metode penumbuhan material (kristal) didalam air panas pada tekanan tinggi dimana temperatur reaksi dapat dinaikkan diatas titik didih air dan pencapaian tekanan dari saturasi uap air. Kelebihan dari metode hidrotermal adalah prosesnya sederhana, murah, dapat dilakukan dengan temperatur yang rendah dan memberikan hasil yang tinggi (>90%). Penelitian untuk sintesis hidroksiapatit menggunakan metode hidrotermal telah banyak dilakukan seperti, Wen dkk,⁸ mensintesis lapisan hidroksiapatit pada permukaan magnesium medis dan ketahanan korosinya dengan metode hidrotermal, Rocha dkk,⁹ memperoleh transformasi argonit alami dari tulang cumi menjadi hidroksiapatit melalui metode hidrotermal, Wu dkk,¹⁰ melakukan sintesis hidrotermal kulit telur dan ekstrak limbah buah untuk menghasilkan hidroksiapatit berukuran nano. Proses hidrotermal juga memiliki kelebihan lain yaitu menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi dan distribusi partikel yang homogen¹¹. Oleh karena itu pembuatan hidroksiapatit pada penelitian ini dilakukan melalui pembentukan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) menggunakan metode hidrotermal. Hidroksiapatit yang diperoleh dimanfaatkan dalam penjernihan air gambut.

Air gambut merupakan jenis air permukaan yang terdapat di dataran rendah, seperti di wilayah Sumatera dan Kalimantan¹². Air gambut memiliki derajat keasaman yang tinggi dengan pH sekitar 3-5, memiliki kandungan partikel tersuspensi yang rendah, dan intensitas warna tinggi berwarna merah kecoklatan¹³. Warna merah kecoklatan pada air gambut merupakan akibat dari tingginya kandungan zat organik (bahan humus) terlarut terutama dalam bentuk asam humus di antaranya asam humat dan asam fulvat¹⁴. Kondisi air tersebut tidak memenuhi persyaratan kualitas air bersih¹⁵.

Air gambut bisa dimanfaatkan untuk keperluan rumah tangga, tetapi konsumsi langsung air gambut tidak dianjurkan sehingga perlu sistem pengolahan air yang sederhana dan efektif terlebih dahulu agar air gambut layak digunakan¹⁵. Salah satu teknologi alternatif yang dapat digunakan adalah metoda adsorpsi. Adsorpsi diketahui metoda yang paling efektif dan efisien untuk menghilangkan zat organik, warna, bau, dan minyak¹⁶. Metoda adsorpsi merupakan metoda yang paling banyak digunakan dan memiliki kelebihan dari metoda yang lain karena prosesnya lebih sederhana, biayanya relatif murah, ramah lingkungan, dan tidak adanya efek samping gas beracun¹⁷. Hidroksiapatit dapat menjadi bahan adsorpsi dengan efisiensi tinggi karena disolusi-presipitasi, pertukaran ion, dan penyerapan selama proses adsorpsi². Hidroksiapatit yang diperoleh akan dijadikan bahan adsorpsi untuk penjernihan air gambut sehingga air gambut menjadi air yang jernih dan layak digunakan untuk kebutuhan masyarakat sehari-hari.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan sebagai berikut:

1. Apakah hidroksiapatit dapat disintesis dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) menggunakan metode hidrotermal?
2. Bagaimana karakterisasi hidroksiapatit yang disintesis dari PCC menggunakan metode hidrotermal?
3. Bagaimana kondisi optimum hidroksiapatit yang disintesis dari PCC terhadap penjernihan air gambut?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah di atas, maka penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mensintesis hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) menggunakan metode hidrotermal.
2. Menentukan karakterisasi hidroksiapatit dari segi ukuran dan jenis fase kristal, komposisi kimia, gugus fungsi, dan morfologi permukaan adsorben.
3. Menentukan kondisi optimum hidroksiapatit yang disintesis dari PCC dalam penjernihan air gambut.

1.4 Manfaat Penelitian

Hidroksiapatit yang dihasilkan pada penelitian ini diharapkan dapat diaplikasikan dalam penjernihan air gambut.



BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Air Gambut

Sumatera dan Kalimantan dikenal sebagai daerah yang kaya dengan tanah gambut dimana penyebaran air gambut sangat melimpah. Namun, apabila ditinjau dari segi kualitasnya, maka air gambut tidak dapat langsung digunakan karena keberadaan bahan organiknya. Selain itu penampilan fisik dari air gambut yang berwarna kecoklatan dan memiliki rentang pH rendah menyebabkan air gambut tidak dapat digunakan sebagai air bersih¹⁸.

Air gambut merupakan jenis air permukaan yang terdapat di dataran rendah seperti Sumatera dan Kalimantan. Air gambut memiliki ciri-ciri sebagai berikut:

1. Kandungan zat organik yang tinggi (seperti asam humat dan asam fulvat)
2. Kekeruhan dan kandungan partikel tersuspensi yang rendah
3. Kandungan kation yang rendah
4. Intensitas warna yang tinggi (berwarna coklat hingga merah kecoklatan)
5. pH yang rendah (sekitar 3-5)

Derajat keasaman yang rendah disebabkan oleh kandungan kation yang rendah, sedikitnya kation dan partikel tersuspensi, dan adanya zat organik dalam bentuk asam¹⁹.

Kondisi air tersebut tidak memenuhi persyaratan kualitas air bersih. Di sejumlah wilayah di Indonesia, seperti Riau, Jambi, Kalimantan Selatan, dan Kalimantan Tengah, air gambut merupakan satu-satunya sumber air permukaan yang tersedia bagi masyarakat di wilayah ini^{12,13}. Dalam penelitian ini air gambut yang digunakan adalah air gambut di daerah Salareh Aia, Kecamatan Palembang, Kabupaten Agam, Provinsi Sumatera Barat.

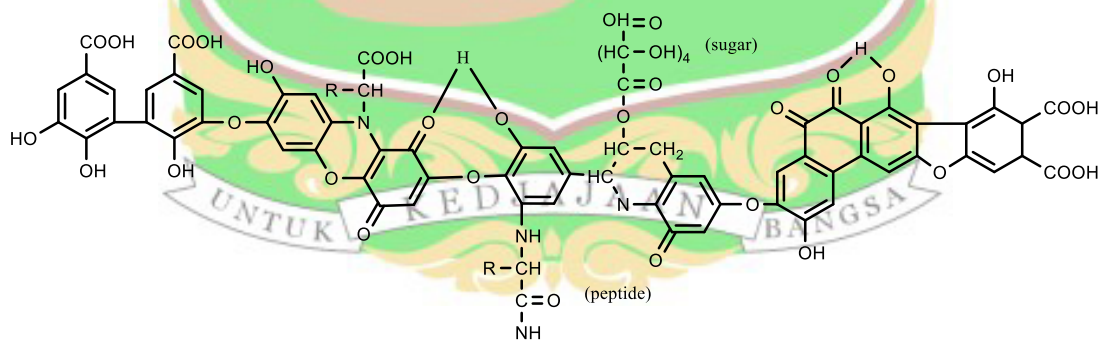


Gambar 2.1. Lokasi pengambilan air gambut (Dokumentasi penulis)

Air gambut merupakan salah satu sumberdaya air permukaan yang sangat potensial untuk dimanfaatkan sebagai kebutuhan domestik dan pertanian. Air gambut masih memerlukan pengolahan khusus terlebih dahulu sebelum digunakan sebagai sumber air untuk keperluan domestik²⁰. Air gambut bila dikonsumsi dapat membahayakan kesehatan antara lain seperti menyebabkan penyumbatan pada sistem peredaran darah, hati, ginjal, jantung, otak, limpa, adrenals, thymus dan bahkan menyebabkan kematian¹⁷. Kandungan utama di dalam air gambut adalah kelompok senyawa humus yaitu asam humat, asam fulvat, dan humin dan didominasi oleh senyawa humat, yang bersifat sulit dirombak oleh mikroorganisme atau bersifat nondegradable¹⁶.

2.2 Asam Humat dan Asam Fulvat

Asam humat merupakan senyawa organik heterogen yang memiliki berat molekul tinggi dan sulit untuk mengalami degradasi serta secara umum berwarna kuning hingga hitam. Warna ini akan semakin meningkat intensitasnya apabila terdapat logam besi yang terikat pada asam organik tersebut. Asam humat adalah konstituen terbesar yang ditemukan dari bahan organik tanah (60-80%) serta asam humat banyak terlibat dalam proses biologis di tanah seperti nutrisi tanaman, degradasi dan transformasi bahan kimia organik hidrofobik. Struktur asam humat merupakan polimer yang terdiri dari beberapa gugus COOH, jembatan -O-, -CH₂- dan -NH=¹⁹. Struktur asam humat dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Model struktur asam humat²¹.

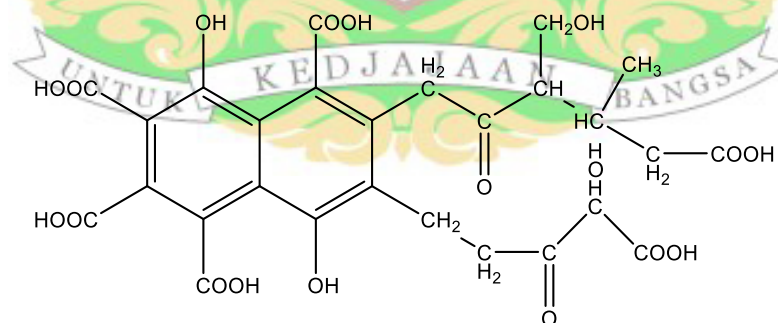
Asam humat atau humus merupakan hasil akhir dekomposisi bahan organik oleh organisme secara aerobik. Ciri-ciri dari asam humat ini antara lain¹⁹:

1. Asam humat memiliki berat molekul 10.000 - 100.000 g/mol
2. Merupakan bagian dari humus yang bersifat tidak larut dengan air pada kondisi pH < 2 tetapi larut pada pH yang lebih tinggi.
3. Asam humat dapat larut dalam basa dan tidak dapat larut dalam asam.

4. Asam humat dapat dikarakterisasi karena adanya gugus fungsional yang kaya akan oksigen seperti -COOH , fenolik/enolik -OH , alkohol -OH dan -C=O
5. Dapat diekstraksi dari tanah dengan bermacam reagen dan tidak larut dalam larutan asam.
6. Merupakan makromolekul aromatik yang kompleks dengan asam amino, gula amino, peptide, serta komponen alifatik yang posisinya didapatkan antara kelompok aromatik.
7. Mempunyai warna yang bervariasi dari coklat pekat sampai abu-abu pekat.
8. Humus pada tanah gambut mengandung lebih banyak asam humat.
9. Asam humus merupakan senyawa organik yang sangat kompleks, secara umum asam humus memiliki ikatan aromatik yang panjang.

Asam fulvat berasal dari kata *fulvus* yaitu berarti kuning, warna dari asam fulvat adalah kuning terang hingga kecokelatan dengan ciri-ciri:

1. Asam fulvat merupakan senyawa asam organik alami yang berasal dari humus, larut dalam air dan sering ditemukan dalam air permukaan dengan berat molekular yang rendah yaitu antara rentang 1000 hingga 10.000 g/mol
2. Asam fulvat larut dalam air pada berbagai kondisi pH dan sangat rentan terhadap serangan mikroba. Asam fulvat mengandung atom oksigen dua kali lebih besar dibandingkan asam humat, karena banyaknya gugus karboksil (-COOH) dan hidroksil (COH) sehingga menyebabkan secara kimia asam fulvat lebih reaktif dibandingkan senyawa-senyawa humus lainnya. Struktur asam fulvat dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Model struktur asam fulvat²¹.

2.3 Metode Adsorpsi dalam Penjernihan Air Gambut

Air gambut berpotensi sebagai air bersih tetapi harus diolah terlebih dahulu. Pengolahan air gambut dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti oksidasi, koagulasi, pertukaran ion, dan membran. Adsorpsi merupakan metode yang paling

banyak dilakukan karena efisiensinya tinggi, ekonomis, tidak memerlukan pelarut organik, dan dapat digunakan untuk larutan dengan konsentrasi logam yang rendah. Oleh karena itu, metode adsorpsi dipilih untuk pengolahan air gambut karena murah, mudah untuk dilakukan, dan banyak senyawa organik yang hilang²².

Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan suatu substansi pada permukaan zat padat. Pada fenomena adsorpsi, terjadi gaya tarik-menarik antara substansi terserap dan penyerapnya. Hal ini disebabkan oleh gaya Van der Waals, yakni adanya gaya tarik-menarik antara molekul fluida dengan molekul pada permukaan padatan (intermolekular) yang energinya lebih kecil dari pada gaya tarik menarik antar molekul fluida itu sendiri (intramolekul). Dalam sistem adsorpsi, fasa teradsorpsi dalam solid disebut adsorbat sedangkan pengadsorpsinya disebut adsorben. Pada proses adsorpsi, molekul adsorbat bergerak melalui bulk fasa gas menuju permukaan padatan dan berdifusi pada permukaan pori padatan adsorben²³.

Adsorpsi merupakan proses penggumpalan substansi terlarut dalam larutan oleh permukaan zat penyerap yang membuat masuknya bahan dan mengumpul dalam suatu zat penyerap. Keduanya sering muncul bersamaan dengan suatu proses maka ada yang menyebutnya sorpsi²⁴. Proses adsorpsi dapat berlangsung jika padatan atau molekul gas atau cair dikontakkan dengan molekul-molekul adsorbat, sehingga di dalamnya akan terjadi gaya kohesif atau gaya hidrostatik dan gaya ikatan hidrogen yang bekerja diantara molekul seluruh material²⁵.

Proses adsorpsi menunjukkan bagaimana molekul akan meninggalkan larutan dan menempel pada permukaan zat adsorben akibat reaksi kimia dan fisika. Proses adsorpsi bergantung pada sifat zat padat yang mengadsorpsi, sifat antar molekul yang diserap, konsentrasi, temperature dan lain-lain²⁶. Hidroksiapatit dapat digunakan sebagai adsorben karena memiliki pori dan tahan aus, serta dapat menukar ion yang mampu mengurangi kadar logam berat²⁷.

2.4 Faktor-faktor yang Mempengaruhi Adsorpsi

Berlangsungnya proses adsorpsi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor sebagai berikut²⁸⁻³⁰:

1. Ukuran partikel dan luas permukaan adsorben

Ukuran partikel dan luas permukaan merupakan karakteristik terpenting dari adsorben. Ukuran partikel adsorben mempengaruhi tingkat adsorpsi yang terjadi. Tingkat adsorpsi meningkat seiring mengecilnya ukuran partikel. Proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat

dan adsorben. Tumbukan efektif antara partikel itu akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan. Luas permukaan adsorben mempengaruhi tersediannya tempat adsorpsi. Makin besar luas permukaan adsorben makin besar pula adsorpsi yang dilakukan.

2. Konsentrasi

Proses adsorpsi dapat digunakan untuk memisahkan bahan dengan konsentrasi rendah dari campuran yang mengandung bahan lain dengan konsentrasi tinggi.

3. Temperatur

Adsorpsi akan lebih cepat berlangsung pada suhu rendah. Meskipun demikian pengaruh suhu terhadap adsorpsi zat cair tidak sebesar pada adsorpsi gas. Reaksi pada adsorpsi biasanya terjadi secara eksotermis. Kecepatan adsorpsi akan naik pada temperatur yang lebih rendah dan akan turun pada temperature lebih tinggi.

4. Keasaman (pH)

pH merupakan salah satu faktor yang paling menentukan pada peristiwa adsorpsi. pH larutan dapat mempengaruhi nilai adsorpsi karena pH menentukan derajat dissosiasi adsorbat. Selain itu pH juga mempengaruhi muatan permukaan adsorben sehingga mengubah kemampuannya menyerap senyawa organik dan anorganik dalam bentuk ion.

5. Waktu kontak

Pada proses adsorpsi dibutuhkan waktu untuk kesetimbangan. Pada proses adsorpsi waktu kontak berpengaruh terhadap jumlah zat yang teradsorpsi. Waktu yang lama akan memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik. Banyak hasil penelitian yang cenderung menunjukkan bahwa makin besar (lama) waktu kontak maka makin meningkat pula daya adsorpsinya dan suatu ketika diperoleh hasil yang maksimum. Kecepatan adsorpsi dipengaruhi oleh difusi pori yang bergantung pada kecepatan pengocokan dalam system. Difusi pori umumnya mencapai optimum bila kontak system terjadi dengan pengocokan yang kuat.

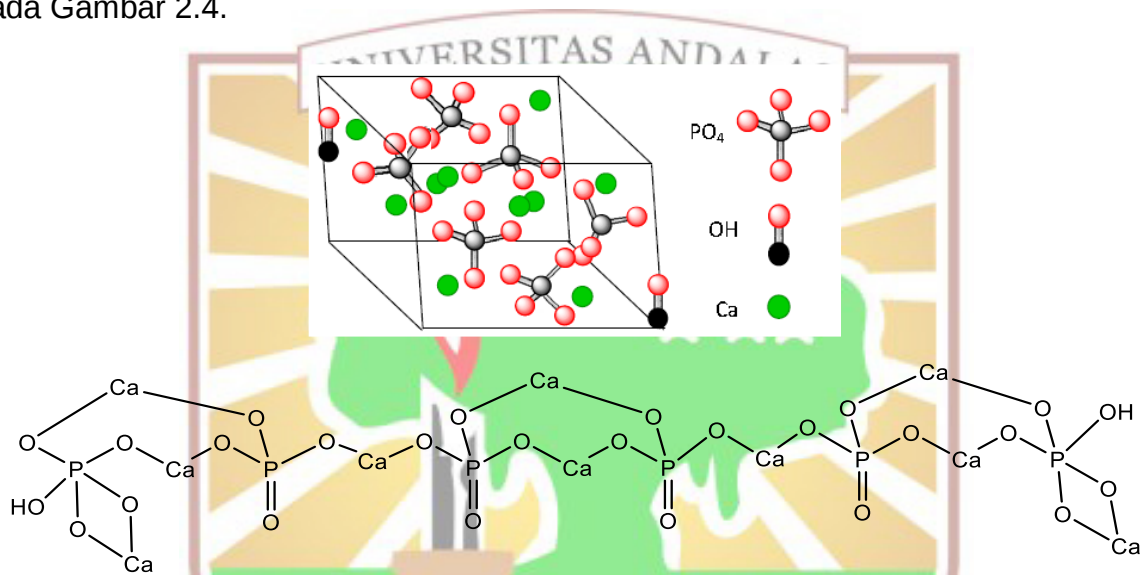
6. Ukuran molekul adsorbat

Ukuran molekul merupakan bagian yang penting dalam adsorpsi karena molekul harus memasuki *micropore* dari partikel adsorban untuk diadsorpsi. Molekul-molekul yang dapat diadsorpsi adalah molekul-molekul yang diameternya lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben. Kebanyakan limbah terdiri dari bahan-

bahan campuran sehingga ukuran molekulnya berbeda-beda. Pada situasi ini akan memperburuk penyaringan molekul karena molekul yang lebih besar akan menutup pori sehingga mencegah jalan masuknya molekul yang lebih kecil.

2.5 Hidroksiapatit

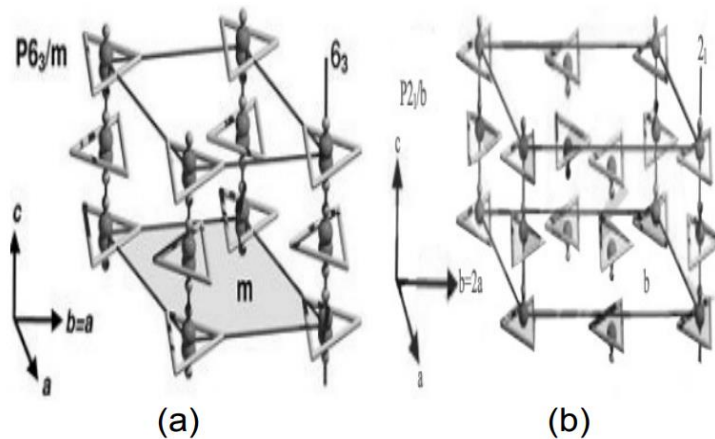
Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$; HAp) adalah konstituen utama (70-90% berat) apatit biologis dalam tulang alami⁶. Hidroksiapatit telah banyak digunakan secara luas untuk banyak aplikasi klinis karena sifat biokompatibilitasnya yang sangat bagus, dan bioaktivitas serta osteokonduktivitas yang bagus⁴. Struktur hidroksiapatit dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Struktur hidroksiapatit^{33,34}.

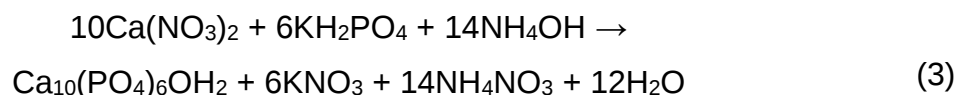
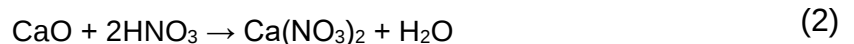
Hidroksiapatit dapat menjadi bahan adsorpsi dengan efisiensi tinggi karena disolusi-presipitasi, pertukaran ion, dan penyerapan selama proses adsorpsi. Hidroksiapatit memiliki banyak situs aktif, biaya rendah, kelarutan air rendah, dan stabilitas tinggi².

Hidroksiapatit (HAp) merupakan senyawa mineral apatit yang dibuat dengan rasio konsentrasi Ca/P 1,67. Pada struktur HA terdapat dua bagian struktur yaitu heksagonal dan monoklinik. Struktur hidroksiapatit monoklinik hanya pada kondisi murni dengan komposisi stoikiometrik, dengan rasio Ca/P adalah 1,67. Struktur heksagonal umumnya diperoleh dari sintesis hidroksiapatit yang tidak stoikiometrik³¹. Struktur monoklinik disebabkan karena susunan OH^- membentuk urutan $\text{OH}^-\text{OH}^-\text{OH}^-\text{OH}^-$ yang membuat parameter kisi b menjadi 2 kali a (Gambar 2.5.b). Akan tetapi, struktur heksagonal juga dapat diperoleh pada kondisi stoikiometrik jika susunan OH^- tidak teratur (Gambar 2.5.a)³².



Gambar 2.5. (a) Struktur hidroksiapatit heksagonal, (b) Struktur hidroksiapatit monoklinik³².

Disisi lain hidroksiapatit terkarbonasi juga menarik perhatian. Hidroksiapatit terkarbonasi (C-HAp) memiliki rumus kimia $\text{Ca}_{10-x}(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{CO}_3)_x(\text{OH})_{2-x-2y}(\text{CO}_3)_y$. Hidroksiapatit terkarbonasi (C-HAp) adalah salah satu biomaterial yang paling menarik untuk rekayasa jaringan tulang karena kesamaan komposisi dan biologisnya dengan bagian mineral tulang manusia³⁵. Hidroksiapatit terkarbonasi memiliki kandungan kalsium, fosfat, dan karbonat³⁶. Namun pada penelitian ini hidroksiapatit dimanfaatkan sebagai bahan penjernihan air gambut. Pada umumnya struktur kisi kristalnya adalah heksagonal, sedangkan komposisi unsur penyusun (% berat ideal) yaitu Ca 39,9%, P 18,5%, H 0,2%, O 41,41%. Sintesis serbuk hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai cara, beberapa di antaranya adalah metoda presipitasi, sol-gel, hidrotermal, serta solid solution. Proses sintesis yang berbeda tentunya akan menghasilkan serbuk hidroksiapatit yang berbeda pula seperti ukuran partikel, homogenitas ukuran partikel, serta bentuk partikel yang didapat³⁷. Berikut ini adalah reaksi yang terjadi dalam proses sintesis hidroksiapatit dimana sumber kalsium yang digunakan berasal dari PCC dan sumber fosfatnya berasal dari kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4).



PCC merupakan kalsium karbonat yang dihasilkan dari proses presipitasi. PCC dikalsinasi pada suhu tinggi untuk mendapatkan CaO. CaO yang didapatkan dikontakan dengan asam nitrat (HNO_3). Kemudian direaksikan dengan KH_2PO_4

sebagai sumber fosfat dan ammonium hidroksida (NH_4OH) agar larutan dalam keadaan basa sehingga menghasilkan hidroksiapatit.

Hidroksiapatit termasuk dalam golongan kalsium fosfat. Pada Tabel 2.1 berikut ini menunjukkan golongan kalsium fosfat secara umum.

Tabel 2.1. Garam kalsium fosfat umum³⁸

Nama	Formula	Rasio Ca/P
<i>Monocalcium phosphate monohydrate</i>	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,5
<i>Monocalcium phosphate anhydrous</i>	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	0,5
<i>Dicalcium phosphate dihydrate (brushite)</i>	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1,0
<i>Dicalcium phosphate anhydrous (monetite)</i>	CaHPO_4	1,0
<i>Octacalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_8(\text{HPO}_4)_2(\text{PO}_4)_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1,33
α - <i>Tricalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,5
β - <i>Tricalcium phosphate</i>	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1,5
<i>Amorphous calcium phosphate</i>	$\text{Ca}_x(\text{PO}_4)_y \cdot n\text{H}_2\text{O}$	1,2 - 2,2
<i>Hydroxyapatite</i>	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1,67

2.6 *Precipitated Calcium Carbonate (PCC)*

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) adalah produk pengolahan material alam yang mengandung kalsium karbonat yang dihasilkan dari proses presipitasi dengan kemurnian yang tinggi. Sintesis melalui pembentukan PCC memberikan hasil yang lebih murni, karena dalam pembentukan hidroksiapatit hampir selalu ditemukan senyawa apatit lain seperti *dicalcium phosphate*, *dibasic phosphate*, *tricalcium phosphate* dan beberapa fase amorf dari *calcium phosphate*¹.

PCC dalam penelitian ini didapatkan dari recovery limbah gas karbon dioksida (CO_2) hasil industri. Secara teknis PCC memiliki keistimewaan seperti ukuran partikel yang kecil (skala mikro) dan homogen. Dengan keistimewaan karakteristik yang dimilikinya, pemakaian PCC dalam industri menjadi semakin luas. Saat ini PCC telah digunakan sebagai aditif pada obat-obatan, makanan, kertas, plastik dan tinta³⁹.

PCC mempunyai tiga polimorf kristal yaitu kalsit, argonit, dan veterit dengan struktur kristal berturut-turut rhombohedral, orthorhombic, dan heksagonal. Kalsit merupakan fase yang stabil pada temperature ruang dan terbentuk pada temperature rendah, vaterite merupakan fase metastabil di dalam suhu kamar dan terbentuk pada tingkat saturasi tinggi, serta aragonite merupakan fase metastabil dan terbentuk pada temperature tinggi. Vaterit dan aragonite dapat mengalami perubahan menjadi kalsit⁴⁰.

2.7 Metode Hidrotermal

Sintesis hidrotermal didefinisikan sebagai metode penumbuhan material (kristal) di dalam air panas pada tekanan tinggi dimana temperature reaksi dapat dinaikkan diatas titik didih air dan pencapaian tekanan dari saturasi uap air. Kelebihan dari metode ini adalah prosesnya sederhana, murah, dan memberikan perolehan yang tinggi (>90%). Selain itu sintesis senyawa hidroksiapatit dengan metode hidrotermal menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi dan distribusi partikel yang homogen¹.

Metode hidrotermal dalam prosesnya terbentuk padatan kristal tunggal, partikel murni atau nanopartikel. Kelebihan metode hidrotermal yaitu mempercepat interaksi antara materi padat dan cair, dapat terbentuk fase murni dan material homogen, difusivitas tinggi, viskositas rendah, dan meningkatkannya daya larut⁴¹.

2.8 pH Point of Zero Charge (pH_{pzc})

pH *Point Zero Charge* (pH_{pzc}) merupakan keadaan pada saat permukaan suatu padatan bermuatan netral⁴². Jumlah muatan negatif dan positif pada permukaan padatan memiliki jumlah yang sama. Nilai pH_{pzc} ditentukan dari nilai titik temu antara garis lurus kurva pH awal terhadap ΔpH (pH awal - pH akhir) dari larutan yang digunakan setelah perendaman oleh adsorben⁴³. pH_{pzc} dapat digunakan untuk menentukan muatan permukaan adsorben secara lebih jelas. Nilai pH digunakan sebagai indikator untuk aktivitas ion hidrogen (H^+). pH tinggi akan menunjukkan bahwa adanya ion hidroksida (OH^-). Kondisi pH basa ($pH > pH_{pzc}$) permukaan akan bermuatan negatif (tidak terdapat gugus hidroksil pada permukaan yang ada), namun pada kondisi pH asam ($pH < pH_{pzc}$) permukaan akan bermuatan positif (terdapat gugus hidroksil), sedangkan pada pH yang nilainya sama dengan pH_{pzc} permukaan akan bermuatan netral. Efek pH terhadap proses adsorpsi diantaranya sebagai berikut⁴⁴:

- pH lebih rendah dari pH_{pzc} maka larutan bersifat asam mendorong proton (H^+) lebih banyak dari pada ion OH^- sehingga permukaan adsorben bermuatan positif dan menarik anion.
- pH lebih besar dari pzc maka permukaan adsorben bermuatan negative sehingga menarik kation tetapi menolak anion.

2.9 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer sesuai dengan namanya adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang

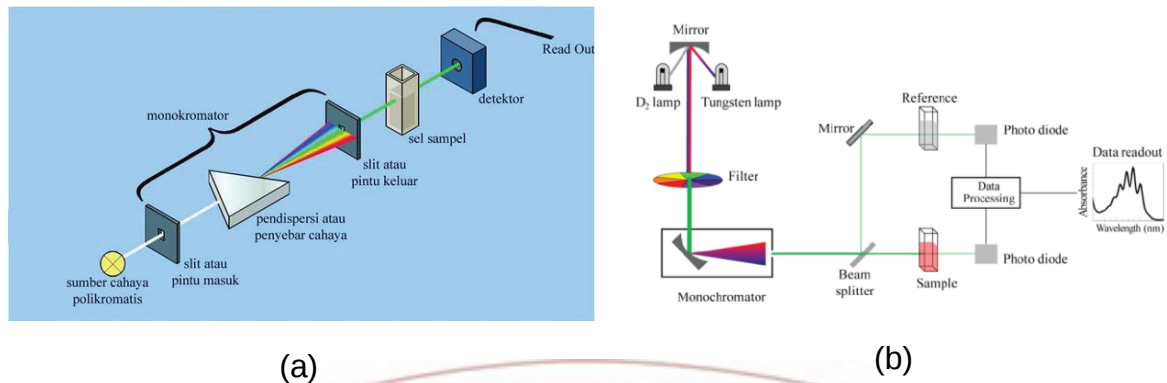
gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang di transmisikan atau yang di absorpsi. Spektrofotometri UV-VIS ini merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan Visible. Menggunakan dua buah sumber cahaya berbeda, sumber cahaya UV dan sumber cahaya visible. Metode ini dapat digunakan baik untuk sample berwarna juga untuk sample tak berwarna⁴⁵.

Spektrofotometer UV-Vis adalah pengukuran panjang gelombang dan intensitas sinar *ultraviolet* dan cahaya tampak yang diabsorpsi oleh sampel. Sinar *ultraviolet* dan cahaya tampak memiliki energi yang cukup untuk mempromosikan elektron pada kulit terluar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Sinar *ultraviolet* berada pada panjang gelombang 200-400 nm sedangkan sinar tampak berada pada panjang gelombang 400-800 nm⁴⁶.

Pada prinsipnya spektroskopi UV-Vis menggunakan cahaya sebagai tenaga yang mempengaruhi substansi senyawa kimia sehingga menimbulkan cahaya. Cahaya yang digunakan merupakan foton yang bergetar dan menjalar secara lurus dan merupakan tenaga listrik dan magnet yang keduanya saling tagak lurus. Tenaga foton bila mmepengaruhi senyawa kimia, maka akan menimbulkan tanggapan (respon), sedangkan respon yang timbul untuk senyawa organik ini hanya respon fisika atau *Physical event*. Tetapi bila sampai menguraikan senyawa kimia maka dapat terjadi peruraian senyawa tersebut menjadi molekul yang lebih kecil atau hanya menjadi radikal yang dinamakan peristiwa kimia atau *Chemical event*. Cara kerja alat spektrofotometer UV-Vis yaitu sinar dari sumber radiasi diteruskan menuju monokromator, Cahaya dari monokromator diarahkan terpisah melalui sampel dengan sebuah cermin berotasi, Detektor menerima cahaya dari sampel secara bergantian secara berulang-ulang, Sinyal listrik dari detektor diproses, diubah ke digital dan dilihat hasilnya, perhitungan dilakukan dengan komputer yang sudah terprogram⁴⁵.

Pada umumnya terdapat dua tipe instrumen spektrofotometer, yaitu *single-beam* dan *double-beam* sebagaimana terlihat pada Gambar 2.6. *Single-beam* dapat digunakan untuk kuantitatif dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tunggal. Beberapa instrumen menghasilkan *single-beam instrument* untuk pengukuran sinar ultra violet dan sinar tampak. Panjang gelombang paling rendah adalah 190 sampai 210 nm dan paling tinggi adalah 800 sampai 1000 nm. Sedangkan *double-beam* dibuat untuk digunakan pada panjang gelombang 190 sampai 750 nm. *Double-beam instrument* mempunyai dua sinar yang dibentuk oleh potongan cermin yang

berbentuk V yang disebut pemecah sinar. Sinar pertama melewati larutan blanko dan sinar kedua secara serentak melewati sampel⁴⁷.



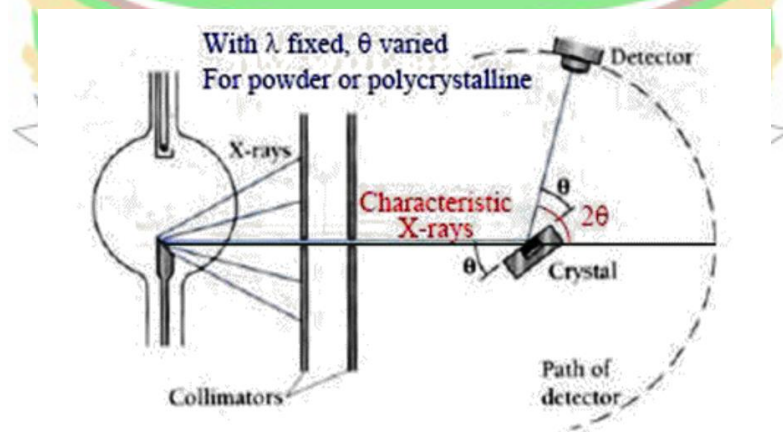
Gambar 2.6. Skema spektrofotometer UV-Vis (a) *Single-beam* (b) *Double-beam*⁴⁷

2.10 Karakterisasi Material

2.10.1 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray adalah radiasi elektromagnetik berenergi tinggi. Mereka memiliki energi mulai dari sekitar 200 eV hingga 1 MeV; yang menempatkan mereka di antara sinar-y dan radiasi *ultraviolet* (UV) dalam spektrum elektromagnetik. Difraksi adalah karakteristik umum dari semua gelombang dan dapat didefinisikan sebagai modifikasi dari perilaku cahaya atau gelombang lain dengan interaksinya dengan suatu objek⁴⁸.

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode yang sangat penting dalam bidang karakterisasi mineral. Metode ini digunakan untuk memperoleh informasi dalam skala atomik, baik pada material kristal maupun nonkristal (amorf).



Gambar 2.7. Prinsip kerja XRD⁴⁹.

Prinsip kerja dari *X-Ray Diffraction* sebagaimana tergambar pada Gambar 2.7 adalah Sinar-X yang dihasilkan pada tabung sinar-X ditembakkan ke specimen melewati rangkaian celah logam dengan nomor atom tinggi, seperti molybdenum atau tantalum.

Celah logam ini digunakan sebagai penyejajar berkas sinar-X. Setelah terdifraksi oleh specimen, berkas ini akan melewati rangkaian celah yang lain. Celah anti-hambur mengurangi radiasi latar dan meningkatkan rasio puncak dengan latar dengan cara memastikan bahwa detector hanya dapat menerima sinar-X hanya di area specimen. Berkas yang telah melewati celah penerima akan menjadi konvergen. Konvergensi berkas menentukan lebar berkas yang sampai ke detector. Peningkatan lebar celah akan meningkatkan intensitas refleksi maksimum pada pola difraksi namun, sebaliknya, akan menurunkan resolusi. Puncak difraksi atau refleksi pada pola difraksi sesuai dengan sinar-X yang didifraksi dari bidang kristalin tertentu. Setiap puncak memiliki intensitas atau ketinggian yang berbeda, dimana intensitas ini sebanding dengan jumlah foton sinar-X atau energi tertentu yang terhitung oleh detektor pada setiap sudut 2θ . Posisi puncak difraksi tergantung pada struktur kristal, khususnya bentuk dan ukuran sel satuan, pada material specimen. Posisi ini dapat pula dipengaruhi oleh panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Jumlah puncak difraksi suatu material akan bertambah seiring dengan menurunnya tingkat simetri struktur kristal material tersebut⁴⁹.

2.10.2 Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis dengan XRF akan diperoleh analisis unsur penyusun dari sampel. XRF merupakan teknik Analisa non-destruktif yang digunakan untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada sampel padat, bubuk ataupun cair. XRF merupakan salah satu metode analisis yang tidak merusak sampel, dapat digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitas dan kuantitas. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya, sedangkan analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar⁵⁰.

Prinsip pengukuran XRF berdasarkan terjadinya proses eksitasi elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom suatu unsur tersebut dikenai sinar-X, kekosongan elektron tersebut akan diisi oleh elektron bagian luar dengan melepaskan energi yang spesifik untuk setiap unsur⁵¹. Dalam XRF, sinar-X yang dihasilkan oleh sumber menyinari sampel. Dalam kebanyakan kasus, sumbernya adalah tabung sinar-X tetapi sebagai alternatifnya bias berupa synchrotron atau bahan radioaktif. Unsur-unsur yang ada dalam sampel akan memancarkan radiasi sinar-X fluorescent dengan energi diskrit (setara dengan warna dalam cahaya optik) yang merupakan karakteristik untuk elemen-elemen tersebut⁵².

Metode ini cepat, akurat dan tidak merusak, dan biasanya hanya membutuhkan minimal persiapan sampel. Aplikasi yang sangat luas dan termasuk industry logam, semen, minyak, polimer, plastik dan makanan, bersama dengan pertambangan, mineralogi dan geologi, dan analisis lingkungan air sebagai sumber limbah. XRF juga merupakan teknik analisis yang sangat berguna untuk penelitian dan farmasi⁵².

2.10.3 Karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

FTIR adalah singkatan dari *Fourier transform infrared*, metode spektroskopi inframerah, radiasi IR dilewatkan melalui sampel. Beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampelnya dan beberapa diantaranya dilewatkan (ditransmisikan). Spektrum yang dihasilkan mewakili penyerapan dan transmisi molekuler, menciptakan sidik jari molekuler sampel. Seperti sidik jari, tidak ada dua struktur molekul unik yang menghasilkan spektrum inframerah yang sama. FTIR dapat mengidentifikasi bahan yang tidak diketahui. FTIR juga dapat menentukan kualitas atau konsistensi sampel. Serta FTIR dapat menentukan jumlah komponen dalam campuran⁵³.

FTIR berguna untuk menganalisis gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh setiap senyawa berbeda-beda. Hidroksiapatit tersusun atas tiga gugus fungsi yaitu hidroksil (OH^-), karbonat (CO_3^{2-}) dan fosfat (PO_4^{3-})⁵⁴.

Salah satu metode spektroskopi yang sangat populer digunakan adalah metode spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR), yaitu metode spektroskopi inframerah modern yang dilengkapi dengan teknik transformasi Fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Dalam hal ini metode spektroskopi yang digunakan adalah metode spektroskopi absorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi inframerah oleh molekul suatu materi. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yakni kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi⁵⁵.

Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merupakan salah satu teknik analitik yang sangat baik dalam proses identifikasi struktur molekul suatu senyawa. Komponen utama spektroskopi FTIR adalah interferometer Michelson yang mempunyai fungsi menguraikan (mendispersi) radiasi inframerah menjadi komponen-komponen frekuensi. Penggunaan interferometer Michelson tersebut memberikan keunggulan metode FTIR dibandingkan metode spektroskopi inframerah konvensional maupun metode spektroskopi yang lain. Diantaranya adalah informasi struktur molekul

dapat diperoleh secara tepat dan akurat (memiliki resolusi yang tinggi). Keuntungan yang lain dari metode ini adalah dapat digunakan untuk mengidentifikasi sampel dalam berbagai fase (gas, padat, atau cair). Kesulitan-kesulitan yang ditemukan dalam identifikasi dengan spektroskopi FTIR dapat ditunjang dengan data yang diperoleh dengan menggunakan metode spektroskopi yang lain⁵⁶.

2.10.4 Karakterisasi *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. Analisis SEM bermanfaat untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan benda padat. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan, disebut elektron gun⁵⁷. Dalam penelitian ini SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan dari hidroksiapatit.

Cara kerja SEM adalah gelombang elektron yang dipancarkan electron gun terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. Scanning coil yang diberi energi menyediakan medan magnetic bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detector sekunder atau *detector backscatter*. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas di permukaan *Cathode Ray Tube* (CRT) sebagai topografi gambar. Pada sistem ini berkas elektron dikonsentrasikan pada specimen, bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar⁵⁷.

Sistem penyorotan dan lensa pada SEM sama dengan mikroskop cahaya biasa. Pada pengamatan yang menggunakan SEM lapisan cuplikan harus bersifat konduktif agar dapat memantulkan berkas elektron dan mengalirkannya ke ground. Bila lapisan cuplikan tidak bersifat konduktif maka perlu dilapisi dengan emas. Pada pembentukan lapisan konduktif, spesimen yang akan dilapisi diletakkan pada tempat sampel di sekeliling anoda. Ruang dalam tabung kaca dibuat mempunyai suhu rendah dengan memasang tutup kaca rapat dan gas yang ada dalam tabung dipompa keluar. Antara katoda dan anoda dipasang tegangan 1,2 kV sehingga terjadi ionisasi udara yang bertekanan rendah. Elektron bergerak menuju anoda dan ion positif dengan energi yang tinggi bergerak menumbuk katoda emas. Hal ini menyebabkan partikel emas menghambur dan mengendap di permukaan spesimen⁵⁷.

Disamping itu terdapat SEM yang dilengkapi dengan EDX. *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) yang merupakan alat yang dapat digunakan untuk analisis kuantitatif dan kualitatif elemen yang didasarkan pada analisis spektral radiasi sinar-X karakteristik yang dipancarkan dari atom sampel pada iradiasi dengan berkas elektron yang difokuskan dari SEM⁵⁸. EDX adalah teknik analisis yang digunakan untuk analisis unsur atau bahan kimia Karakterisasi sampel. Kemampuan karakterisasi sebagian besar disebabkan oleh prinsip dasar bahwa masing-masing elemen memiliki struktur atom unik yang memungkinkan rangkaian puncak spektrometer elektromagnetik yang unik⁵⁹.



BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Lingkungan, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas dimulai dari bulan Januari sampai Juni 2022. Karakterisasi XRF dilakukan di Laboratorium Kimia Produk *Unit Quality Assurance* PT. Semen Padang, karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang, karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang, karakterisasi SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Universitas Islam Indonesia, dan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer UV-VIS dilakukan di Laboratorium Pengukuran, Jurusan Kimia, Universitas Andalas.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas (Pyrex), oven (Mettler), furnace (Thermo Insight), *autoclave*, *hot plate magnetic stirrer* (Corning PC-420D), neraca analitik (Kern & GmbH), aluminium foil, rotary shaker (Edmund Bühler 7400 Tubingen), lumpang dan alu, dan ayakan 200 Mesh (74 µm). Adapun instrumentasi pengukuran yang digunakan yaitu, Spektrofotometer UV-Vis (SHIMADZU UV-1800 Series), XRF (ED NEXCG RIGAKU), XRD (XPERT PRO PANalytical), SEM-EDX (Phenom Pro X), dan FTIR (Unican Mattson Mod 7000 FTIR).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) sebagai sumber kalsium, Kalium Dihidrogen Fosfat (KH_2PO_4) sebagai sumber fosfat, HNO_3 , NaOH, NH_4OH , KCl, kertas saring Whatman, air deionisasi, akuades, kertas saring Whatman No.42, pH meter (PH-009(I)A), dan air gambut di daerah Salareh Aia Kecamatan Palembayan Kabupaten Agam Provinsi Sumatera Barat.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan Reagen

3.3.1.1 Pembuatan Larutan Asam Nitrat (HNO_3) 1M

Sebanyak 6,97 mL HNO_3 65% diencerkan dengan akuades didalam labu ukur hingga mencapai volume 100 mL.

3.3.1.2 Pembuatan Larutan Asam Nitrat (HNO_3) 0,1M

Sebanyak 0,69 mL HNO_3 65% diencerkan dengan akuades didalam labu ukur hingga mencapai volume 100 mL.

3.3.1.3 Pembuatan Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,1M

Sebanyak 1 gram NaOH diencerkan dengan akuades didalam gelas piala hingga mencapai volume 250 mL.

3.3.1.4 Pembuatan Larutan Kalium Klorida (KCl) 0,1M

Sebanyak 0,745 gram KCl diencerkan dengan akuades didalam labu ukur hingga mencapai volume 100 mL.

3.3.2 Preparasi CaO dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC)

PCC diayak menggunakan ayakan 200 Mesh ($74\mu\text{m}$). Setelah diayak PCC dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 2 jam⁶⁰. Kemudian sampel dikalsinasi selama 5 jam dengan temperatur 900°C dan 1000°C . Setelah itu dilakukan karakterisasi komposisi fasa dari sampel menggunakan XRF dan XRD.

3.3.3 Sintesis Hidroksiapatit

Pertama, sebanyak 14,4297 gram CaO hasil kalsinasi 900°C dan 14,4186 gram CaO hasil kalsinasi 1000°C , masing-masing dicampurkan dalam HNO_3 1M. Berikutnya, kalium dihidrogen fosfat (KH_2PO_4) ditimbang sebanyak 21,0256 gram untuk pembuatan HAp 900 dan 21,0120 gram untuk pembuatan HAp 1000, yang masing-masingnya dilarutkan dengan air deionisasi hingga larut sempurna, Setelah itu KH_2PO_4 yang telah larut ini dicampurkan perlahan-lahan ke campuran pertama (rasio Ca/P 1,67)⁶¹. Kemudian campuran tersebut dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 70°C sambil diaduk menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 300 rpm selama 1 jam dan pH dijaga konstan pada pH 10 dengan menambahkan NH_4OH beberapa tetes. Setelah itu campuran tersebut dimasukkan ke dalam *autoclave* 100 mL dan dipanaskan selama 24 jam pada suhu 180°C . Setelah dipanaskan, Hidroksiapatit yang didapatkan dicuci menggunakan air deionisasi hingga pH netral dan disaring. Hidroksiapatit yang didapatkan setelah penyaringan kemudian dipanaskan pada suhu 110°C selama 2 jam sehingga didapatkan hidroksiapatit murni⁶².

3.3.4 Karakterisasi Hidroksiapatit

Hidroksiapatit yang diperoleh dari hasil sintesis dikarakterisasi kemurnian fasa dan kristalinitasnya menggunakan XRD. Lalu dianalisis hidroksiapatit sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan FTIR. Kemudian perbandingan molar Ca/P

hidroksiapatit diukur menggunakan XRF. Kemudian dikarakterisasi morfologi dari hidroksiapatit menggunakan SEM-EDS.

3.3.5 Penentuan Nilai pH *Point of Zero Charge* (pH_{pzc})

Penentuan pH_{pzc} dilakukan menggunakan metode penambahan padatan dimana sebanyak 0,15 gram hidroksiapatit ditambahkan ke dalam 50 mL KCl 0,1M yang pH awalnya telah diatur dari pH 2 hingga 8 menggunakan HNO_3 0,1 M dan NaOH 0,1M. Selanjutnya diaduk dengan rotary shaker selama 24 jam. Setelah itu diukur pH akhirnya. Data pH awal versus ΔpH (pH akhir – pH awal) di plot pada grafik untuk mendapatkan titik perpotongan pada $y=0$. Sumbu X pada titik perpotongan tersebut merupakan pH_{pzc} .

3.3.6 Pengukuran Spektrum Serapan Air Gambut

Panjang gelombang maksimum serapan air gambut diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada λ 220-400 nm. Penjernihan ditunjukkan dengan berubahnya pola spektrum serapan pada daerah UV akibat berkurangnya senyawa organik yang ada pada air gambut. Adsorben dari masing-masing sampel diukur sebelum dan sesudah penjernihan.

3.3.7 Pengaruh pH Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut

Hidroksiapatit dengan sebanyak 0,5 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 10 mL air gambut. Air gambut dibuat dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7. pH diatur menggunakan larutan NaOH 0,1M dan HNO_3 0,1M. Pengadukan dilakukan selama 1 jam dengan kecepatan 250 rpm menggunakan rotary shaker. Kemudian campuran disaring dan dianalisis filtratnya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada λ 265 nm.

3.3.8 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penjernihan Air Gambut

Hidroksiapatit dimasukkan sebanyak 0,5 gram ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 mL air gambut yang telah diatur pada pH optimum. Pengadukan dilakukan selama variasi waktu kontak (0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 jam) dengan kecepatan 250 rpm. Kemudian campuran disaring dan filtratnya dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada λ 265 nm.

3.3.9 Pengaruh Massa Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut

Hidroksiapatit dengan variasi massa 0,1; 0,5; 1; 1,5 dan 2 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 10 mL air gambut yang telah diatur pada pH optimum. Kemudian diaduk dengan waktu kontak optimum pada kecepatan 250 rpm. Campuran

disaring dan dianalisis filtratnya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada λ 265 nm.



BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

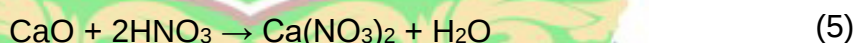
4.1 Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Hidrotermal

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) digunakan dalam penelitian ini sebagai sumber kalsium (Ca), dan Kalium Dihidrogen Fosfat (KH_2PO_4) sebagai sumber fosfatnya untuk sintesis hidroksiapatit dengan metode hidrotermal. PCC digerus dan diayak hingga butirannya berukuran $74\mu\text{m}$ dengan ayakan 200 mesh untuk memperluas permukaan sampel. Ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap proses adsorpsi dikarenakan apabila ukuran partikel diperkecil maka permukaan adsorben menjadi lebih luas sehingga lebih banyak permukaan adsorben yang siap untuk berinteraksi dengan adsorbat dan proses penyerapan akan lebih optimal⁶³.

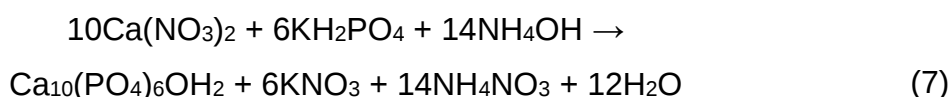
Proses kalsinasi dilakukan pada PCC yang telah halus dimana kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan atau mendekomposisi semua zat yang tidak dibutuhkan, yaitu bahan volatil dan H_2O , serta untuk membentuk senyawa oksida yang diinginkan⁶⁴. Kalsinasi dilakukan dengan alat furnace. Proses kalsinasi dalam hal ini adalah proses penghilangan H_2O , CO_2 atau gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan serbuk PCC sehingga akan didapat produk yang bernama kalsium oksida (CaO).



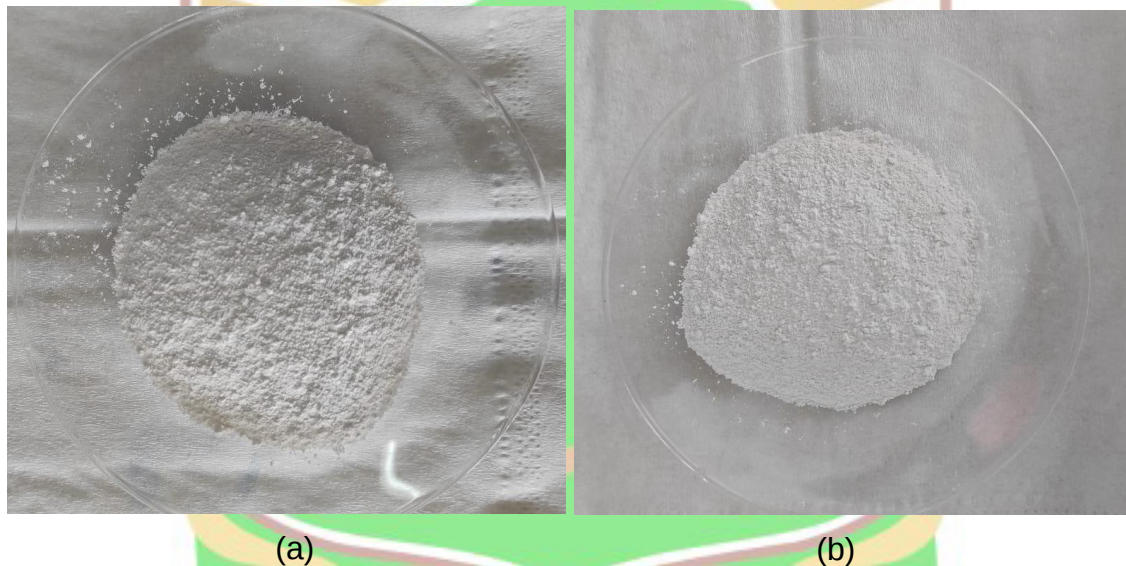
CaO setelah dikalsinasi dilakukan pengontakan dengan asam nitrat (HNO_3). Dalam penelitian ini asam nitrat berfungsi sebagai *solvent* (pelarut) CaO . Asam nitrat digunakan dalam proses pelarutan CaO dikarenakan larutan ini dapat memperbesar kelarutan CaO dibandingkan bila dilarutkan dalam air⁶⁵.



Sumber fosfat yang digunakan dalam proses pembentukan hidroksiapatit kali ini yaitu KH_2PO_4 . KH_2PO_4 yang telah dilarutkan dengan air deionisasi ditambahkan perlahan-lahan kedalam campuran agar pembentukan hidroksiapatit terjadi secara sempurna. Campuran ini di-*stirrer* selama 1 jam sambil ditambahkan Ammonium hidroksida (NH_4OH) beberapa tetes untuk mempertahankan larutan dalam keadaan basa yaitu pH 10. Hal ini dikarenakan hidroksiapatit dapat terbentuk dalam keadaan basa. Fosfatisasi menggunakan KH_2PO_4 ini juga dilakukan oleh peneliti sebelumnya yaitu Sanosh (2009), dalam mensintesis hidroksiapatit nanokristalin⁶¹.



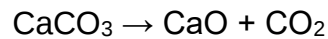
Metoda sintesis yang digunakan adalah metoda hidrotermal sehingga campuran ini dimasukkan kedalam *autoclave* dan dipanaskan pada suhu 180°C. Hidrotermal merupakan proses mineralisasi di bawah tekanan tinggi dan temperatur tertentu agar terbentuk kristal yang relatif tidak larut di bawah kondisi normal. Metode hidrotermal memungkinkan proses pembentukan material yang dapat diproses lebih lanjut, sehingga terbentuk padatan kristal tunggal, partikel murni atau nanopartikel⁶⁶. Menurut Yoshimura (2008), hidrotermal merupakan metoda yang sangat ideal dalam pembuatan nanopartikel dengan kristalinitas tinggi, dan alat yang umum digunakan dalam metoda ini adalah *autoclave* karena memiliki tekanan yang cukup tinggi⁴¹. Hasil akhir dari sintesis ini diperoleh hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$) berwarna putih yang memiliki tekstur sangat halus berupa bubuk. Hasil sintesis HAp 900 dan HAp 1000 dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Hasil Sintesis Hidroksiapatit (a) HAp 900 (b) HAp 1000

4.2 Hasil Kalsinasi dan Karakterisasi XRF Setelah Kalsinasi

Berdasarkan data XRF pada Tabel 4.1, Hasil kalsinasi PCC dengan suhu 900°C dan 1000°C mengandung senyawa CaO berturut-turut sebesar 96.198%, dan 96.124%. Kadar CaO ini bisa dikatakan tinggi sehingga cocok digunakan sebagai bahan baku dalam sintesis hidroksiapatit. Proses kalsinasi pada suhu 900°C dan 1000°C bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik, serta untuk menguraikan CaCO_3 menjadi CaO dan CO_2 . Panas dalam *furnance* menyebabkan terjadinya regangan ikatan kimia antar atom dalam material, sehingga mengalami pemutusan ikatan dan terurai pada suhu tertentu⁶⁷. Menurut Meilianti (2017), kalsinasi dapat terjadi secara sempurna pada suhu $\geq 900^\circ\text{C}$.



(7)

Tabel 4.1. Data hasil XRF PCC setelah kalsinasi 900°C dan 1000°C

Compound	%Massa	
	900°C	1000°C
Al ₂ O ₃	0.587	0.447
SiO ₂	0.584	0.376
SO ₃	1.609	1.169
CaO	96.198	96.124
TiO ₂	0.008	0.014
MnO	0.022	0.024
Fe ₂ O ₃	0.101	0.108
ZnO	0.003	0.004
SrO	0.048	0.055
ZrO ₂	0.001	0.001
Ag ₂ O	0.644	0.666
CdO	0.064	0.039
Sm ₂ O ₃	0	0
Eu ₂ O ₃	0	0
Cl	0.106	0.121
Re	0	0

Nilai Lol (*Loss on Ignition* / hilang pijar) pada kalsinasi 900°C didapatkan sebesar 44,35% dan pada kalsinasi 1000°C sebesar 45,33%. Lol ini bertujuan untuk mengetahui seberapa banyak senyawa yang hilang akibat penguapan dalam proses kalsinasi menggunakan *furnace*. Nilai Lol ini diperoleh dengan cara menghitung selisih berat sampel sebelum dan sesudah kalsinasi, dan dibagi dengan berat sampel sebelum kalsinasi dalam 100% seperti terlihat pada persamaan sebagai berikut⁶⁸.

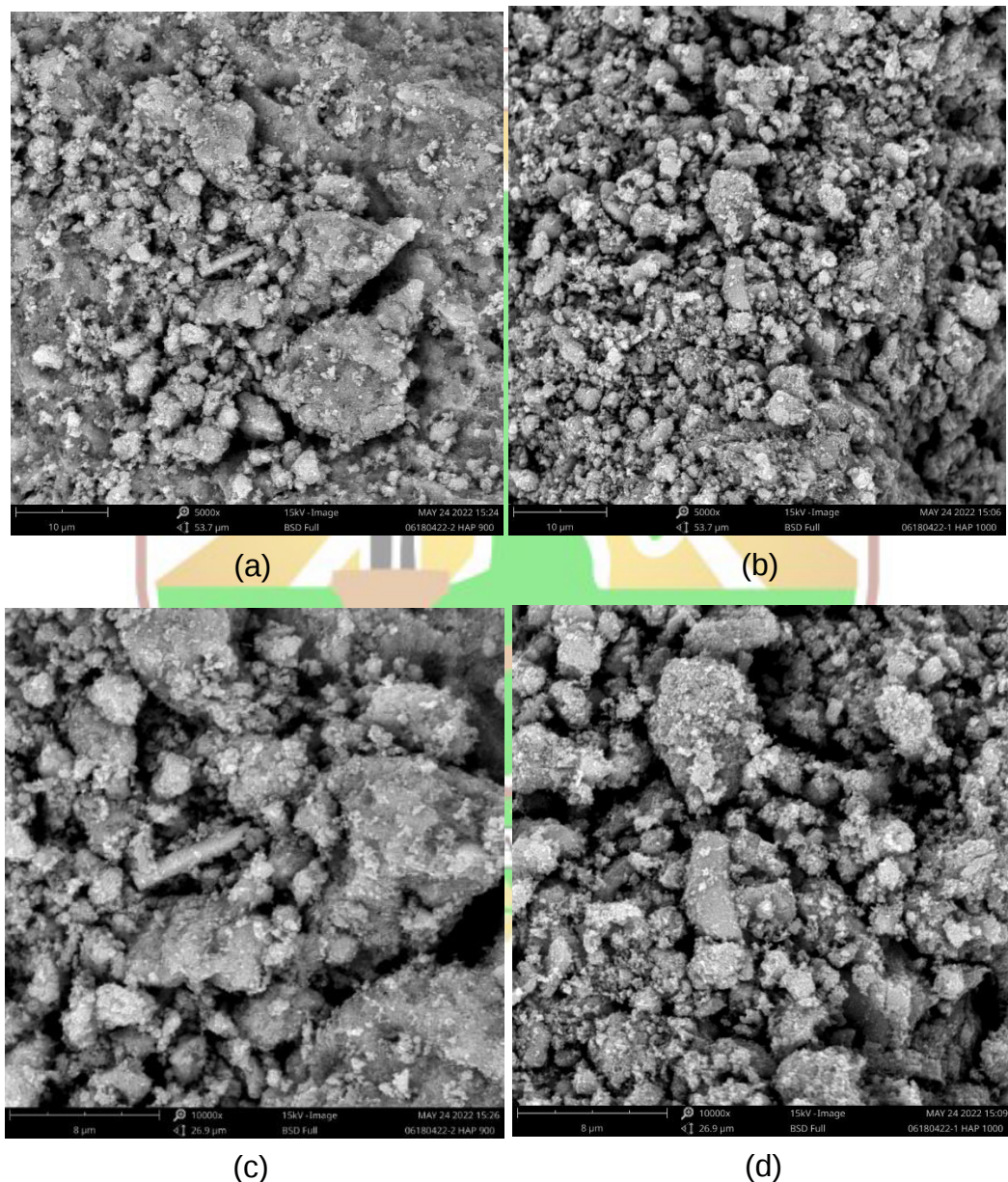
$$\% \text{ Lol} = \frac{W_{\text{awal}} - W_{\text{akhir}}}{W_{\text{awal}}} \times 100\%$$

Tabel 4.2. Data Lol setelah Kalsinasi 900°C dan 1000°C

Lol (<i>Loss on Ignition</i>)	
HAp 900	44,35%
HAp 1000	45,33%

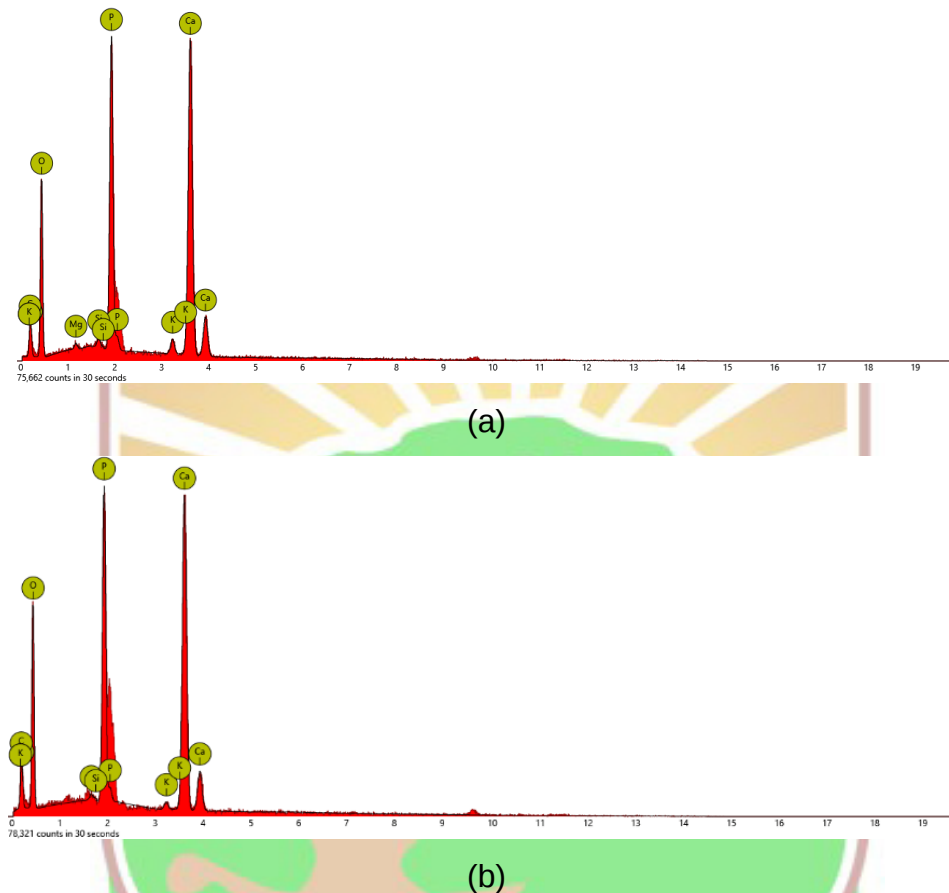
4.3 Analisis SEM-EDX Sintesis Hidroksiapatit

Pada Gambar 4.2 menunjukkan morfologi dari sampel HAp 900 dan HAp 1000. Karakterisasi SEM ini dilakukan dengan perbesaran 5000x dan 10000x. Pada kedua sampel hasil sintesis hidroksiapatit ini strukturnya berpori dan masih terdapat butiran-butiran yang tidak merata. Morfologi dari hidroksiapatit ini cenderung berupa aglomerat atau penggumpalan. Hal ini mirip dengan yang pernah diteliti Suryadi (2011) dimana morfologinya mengalami aglomerat. Ukuran rata-rata kristalnya berkisar antara 15-50 nm⁶⁹.



Gambar 4.2. Morfologi permukaan hasil sintesis hidroksiapatit (a) HAp 900 perbesaran 5000x (b) HAp 1000 perbesaran 5000x (c) HAp 900 perbesaran 10000x (d) HAp 1000 perbesaran 10000x

Hasil karakterisasi menggunakan EDX dapat dilihat pada Gambar 4.3. SEM-EDX ini dapat memperlihatkan morfologi dari sampel serta dapat menentukan persentase unsur-unsur yang terdapat dalam sampel yang dimunculkan dalam bentuk spektrum atau diagram.



Gambar 4.3. Spektrum EDX hasil sintesis hidroksiapatit (a) HAp 900 (b) HAp 1000

Rasio Ca/P dapat ditentukan dari hasil karakterisasi SEM-EDX. Berdasarkan Tabel 4.3. dapat dilihat komposisi unsur yang terkandung dalam sampel hidroksiapatit setelah sintesis.

Tabel 4.3. Data EDX hasil sintesis HAp 900 dan HAp 1000

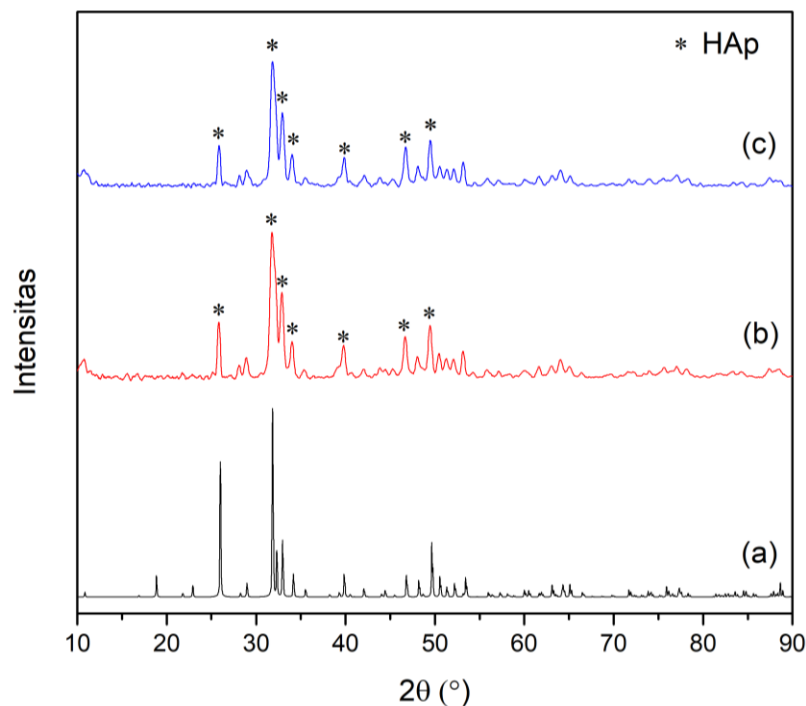
Sampel	Persentase Unsur (%)				Rasio Ca/P
	O	C	Ca	P	
HAp 900	50.40	18.73	18,08	11,47	1,57
HAp 1000	50.31	22.75	16,14	10,31	1,56

Dari data tersebut mengungkapkan adanya unsur hidroksiapatit terkarbonasi (Ca, P, O, dan C)³⁵. Menurut Elliott (1994), hidroksiapatit terkarbonasi ini terjadi di atmosfer CO₂ kering pada suhu tinggi dimana OH digantikan oleh CO₃⁷⁰. Selain itu diperoleh

rasio Ca/P hasil EDX HAp 900 sebesar 1,57 dan HAp 1000 sebesar 1,56. Rasio ini lebih rendah dari rasio teoritis yaitu 1,67³².

4.4 Analisis XRD Sintesis Hidroksiapatit

Karakterisasi XRD dilakukan bertujuan untuk menentukan kristalinitas dari hidroksiapatit yang telah disintesis⁷¹. Hasil XRD hidroksiapatit yang telah disintesis dapat dilihat pada Gambar 4.4. Pola XRD HAp 900 dan HAp 1000 memiliki pola yang sesuai dengan Standar HAp ICSD-157481. Puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut 2θ yang mana senyawa yang dihasilkan yaitu Hidroksiapatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$. Puncak-puncak dengan intensitas tinggi terdapat pada $25,7763^\circ$; $31,7907^\circ$; $32,9418^\circ$; $34,1754^\circ$; $39,8271^\circ$; $46,7457^\circ$; dan $49,6524^\circ$. Puncak XRD tertinggi HAp ini mirip dengan penelitian Lala (2013) dimana memiliki fase HAp tunggal dengan struktur kristal hexagonal⁷². Menurut Raynaud (2002) pada hasil XRDnya bubuk dengan Ca/P dalam kisaran 1,50-1,67 memiliki struktur apatit yang sama dengan hidroksiapatit dan tidak ada fase kristal lain yang terdeteksi⁷³.



Gambar 4.4. Pola XRD Hidroksiapatit (a) Standar HAp ICSD-157481, (b) HAp 900, (c) HAp 1000

Daerah kristalin hidroksiapatit dapat dilihat pada tinggi puncak intensitas dan lebar setengah puncak pada pola difraksi, dimana semakin tinggi intensitas puncak maka semakin sempit lebar setengah puncak maka akan semakin tinggi kristalinitas hidroksiapatit⁷⁴. Pada Tabel 4.4 dapat dilihat kristalinitas HAp 900 dan HAp 1000

didapatkan berturut-turut sebesar 90,93% dan 89,84%. Nilai tersebut bisa dikatakan nilai yang cukup tinggi. Sedangkan ukuran kristal yang diperoleh dari HAp 900 yaitu berukuran 18,7728 nm, dan pada HAp 1000 berukuran 18,5052 nm.

Tabel 4.4. Kristalinitas dan ukuran kristal hasil sintesis hidroksiapatit

	Kristalinitas (%)	Ukuran Kristal (nm)
HAp 900	90,93	18,7728
HAp 1000	89,84	18,5052

Ukuran kristal yang diperoleh dihitung berdasarkan persamaan Debye Scherrer. Persamaan Debye Scherrer dapat dilihat sebagai berikut.

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta} \quad (8)$$

Dari persamaan tersebut menunjukkan bahwa D merupakan ukuran kristal (nm), K merupakan faktor bentuk kristal (0,9-1), λ merupakan Panjang gelombang sinar-X (0,15406 nm), β merupakan nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad), dan Θ merupakan sudut difraksi³⁵. Suryadi (2011) mengatakan bahwa hidroksiapatit yang berbentuk aglomerat cenderung memiliki rata-rata ukuran kristal pada rentang 15-50 nm⁶⁹.

4.5 Analisis XRF Sintesis Hidroksiapatit

Hasil karakterisasi XRF yang telah disintesis dapat dilihat pada Tabel 4.5. Hasil sintesis HAp 900 terdapat unsur dengan kadar paling tinggi yaitu Kalsium (Ca) 59.38% dan Fosfor (P) 38,62. Demikian juga pada hasil sintesis HAp 1000 terdapat unsur dengan kadar paling tinggi yaitu Kalsium (Ca) 59.12% dan Fosfor (P) 38,93%. Sedangkan sisanya sekitar 2% merupakan unsur-unsur logam lainnya dengan kadar yang sangat kecil.

Karakterisasi XRF ini dilakukan bertujuan untuk mengetahui rasio Ca/P. Secara teoritis rasio Ca/P dari hidroksiapatit adalah sebesar 1.67³². Pada hasil sintesis HAp 900 diperoleh rasio Ca/P sebesar 1,54, sedangkan pada hasil sintesis HAp 1000 diperoleh rasio Ca/P sebesar 1,52. HAp berkisar 1,5 disebabkan adanya kekurangan kalsium atau fosfor Hal ini karena pada sintesis HAp tidak hanya mengandung ion Ca^{2+} , PO_4^{3-} dan OH^- , tetapi juga ion dari berbagai elemen seperti Mg^{2+} , Sr^{2+} , Fe^{2+} , Na^+ , K^+ serta anion seperti CO_3^{2-} dan Cl^- ³⁸. Menurut Raynaud (2002) Ca/P sekitar 1,5 merupakan komposisi apatit trikalsium fosfat. Ia Mengatakan bahwa rasio Ca/P dari endapan tidak bergantung langsung pada nilai Ca/P dari reagen awal. Pada

penelitiannya sebagian besar bubuk yang disintesis menggunakan rasio Ca/P 1,67 untuk reagen awal akan turun mendekati 1,50⁷³.

Tabel 4.5. Data XRF hasil sintesis HAp 900 dan HAp 1000

Component	% Massa	
	HAp 900	HAp 1000
P	38.62	38.93
Ca	59.38	59.12
Rasio Ca/P	1,54	1,52

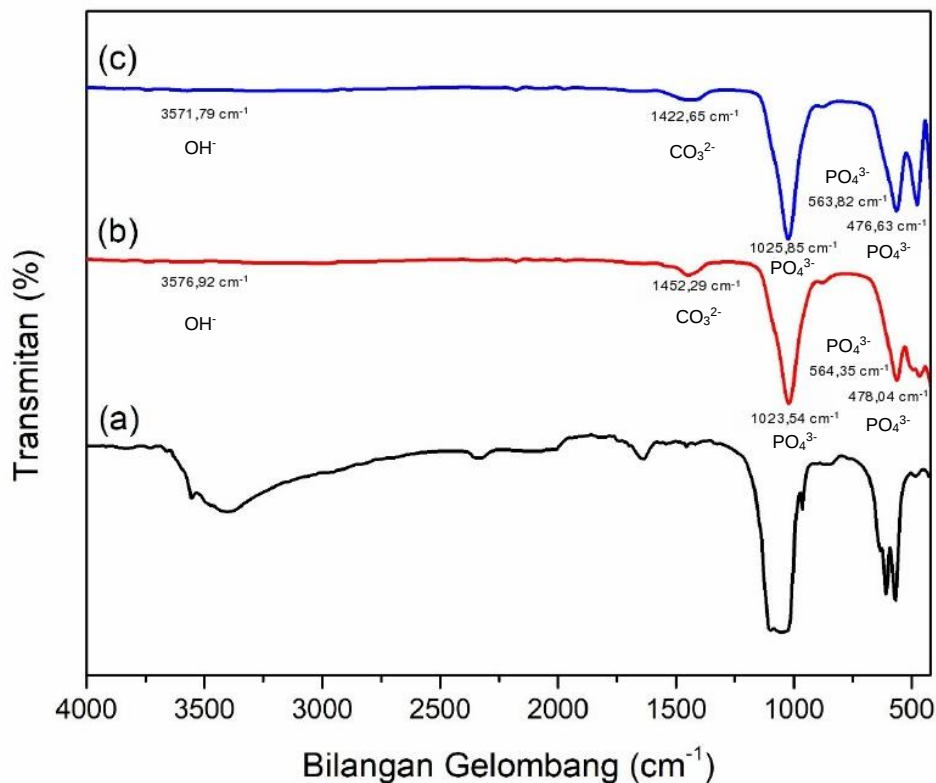
Rasio Ca/P ini bisa dibandingkan dengan beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dalam pembuatan hidroksiapatit. Perbandingan rasio Ca/P bisa dilihat pada Tabel 4.6 sebagai berikut. Terdapat kemiripan pada hasil penelitian ini dengan beberapa peneliti lainnya dimana menunjukkan terbentuknya fasa hidroksiapatit dengan rasio Ca/P yang hampir mendekati. Ukuran kristal yang didapatkan dalam penelitian ini juga berukuran nano seperti peneliti lainnya.

Tabel 4.6. Perbandingan hasil sintesis hidroksiapatit oleh beberapa peneliti

No	Peneliti	Sumber	Ukuran Kristal /Partikel (nm)	Fasa	Rasio Ca/P
1	Ngatijo et al. ⁷⁵	Udang rebon	18,6-26,3	• C-HAp	1,61; 1,67; dan 1,73
2	Safarzadeh et al. ⁷⁶	Calcium nitrate tetrahydrate	N/A	• HAp / C-HAp	1,36-1,97
3	Alif et al. ⁵	Cangkang Korbikula	28,90	• HAp	2,18
4	Noviyanti et al. ⁶²	Cangkang telur	35,28	• TTCP	
5	Agbabiaka et al. ⁷⁷	Cangkang telur	N/A	• HAp	2,29
6	Mocanu et al. ⁷⁸	Dolomit, kerang laut	93,81-206,65	• Ca(OH) ₂	1,65
7	Penelitian ini	PCC	18,7728 dan 18,5052	• HAp	N/A
					1,54 dan 1,52

4.6 Analisis FTIR Sintesis Hidroksiapatit

Gambar 4.5. menunjukkan spektrum FTIR dari hidroksiapatit yang telah disintesis. Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi yang terdapat pada sampel. Dari hasil analisis spektrum FTIR terlihat adanya gugus fungsi hidroksil (OH^-) karbonat (CO_3^{2-}) dan fosfat (PO_4^{3-}).



Gambar 4.5. Spektrum FTIR hidroksiapatit (a) Standar HAp Coblenz N0 9792, (b) HAp 900, (c) HAp 1000

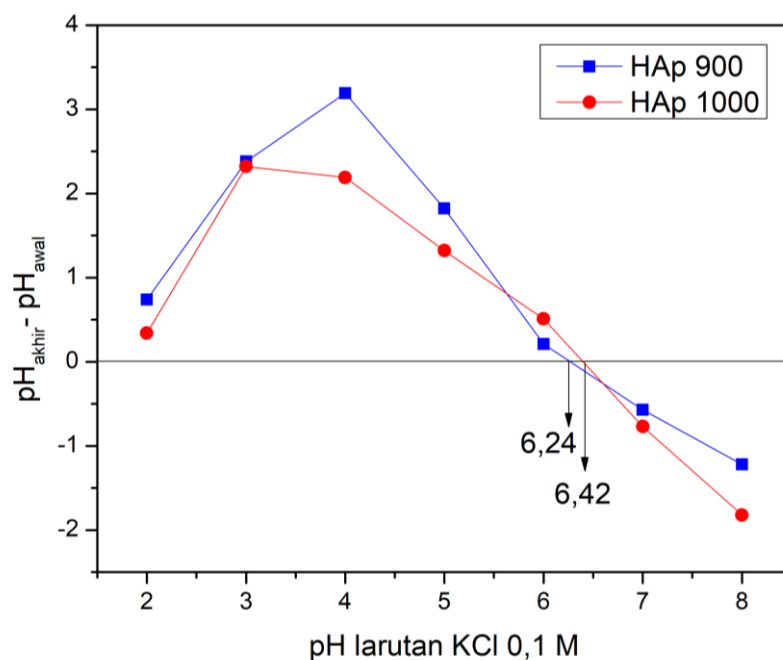
Pola spektrum FTIR HAp 900 menunjukkan adanya gugus fosfat pada bilangan gelombang $478,04 \text{ cm}^{-1}$, $564,35 \text{ cm}^{-1}$, dan $1023,54 \text{ cm}^{-1}$. Selain itu juga terdapat gugus karbonat pada bilangan gelombang $1452,29 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus hidroksil pada bilangan gelombang $3576,92 \text{ cm}^{-1}$. Pada pola spektrum HAp 1000 juga menunjukkan gugus fosfat yang terdapat pada bilangan gelombang $476,63 \text{ cm}^{-1}$, $563,82 \text{ cm}^{-1}$, dan $1025,85 \text{ cm}^{-1}$. Gugus karbonat juga terlihat pada spektrum FTIR HAp 1000 pada bilangan gelombang $1422,65 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus hidroksil pada bilangan gelombang $3571,79 \text{ cm}^{-1}$. Pola spektrum HAp 900 dan HAp 1000 ini sesuai dengan standar HAp Coblenz N0 9792.

Menurut Ketut Adi Puspa (2014), rentang gelombang gugus hidroksil berkisar antara $1700\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$, $3500\text{--}3550\text{ cm}^{-1}$, dan $3600\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$. Rentang gelombang gugus karbonat berkisar antara 634 cm^{-1} , $800\text{--}880\text{ cm}^{-1}$, dan $1400\text{--}1550\text{ cm}^{-1}$. Sedangkan gugus fosfat memiliki rentang panjang gelombang 472 cm^{-1} , 476 cm^{-1} , 479 cm^{-1} , 559 cm^{-1} , 564 cm^{-1} , 565 cm^{-1} , 573 cm^{-1} , 599 cm^{-1} , 600 cm^{-1} , dan 603 cm^{-1} , $950\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$ ⁷⁹.

Benataya (2020), dalam penelitiannya mengatakan bahwa selama pembentukan hidroksiapatit terkarbonasi, ion karbonat dapat menggantikan gugus hidroksil atau fosfat³⁵. Mirip dengan spektrum HAp 900 dan HAp 1000 ini dimana ion karbonat pada pita yang terletak di $1452,29\text{ cm}^{-1}$ dan $1422,65\text{ cm}^{-1}$, dapat menggantikan gugus fosfat.

4.7 Analisis Nilai pH Point of Zero Charge (pH_{pzc})

Gambar 4.6. menunjukkan grafik nilai pH_{pzc} . Penentuan nilai pH_{pzc} ini perlu dianalisis dalam proses adsorpsi untuk menentukan range pH proses adsorpsi berlangsung secara optimal. Penentuan nilai pH_{pzc} ini akan mempermudah dalam memprediksi range pH yang akan dilakukan dalam proses adsorpsi. Permukaan adsorben pada pH diatas pH_{pzc} akan bermuatan negatif karena permukaan adsorben lebih didominasi oleh muatan negatif seperti OH^- , sedangkan permukaan adsorben pada pH dibawah pH_{pzc} akan bermuatan positif karena permukaan adsorben lebih didominasi oleh muatan positif seperti H^+ ^{80,81}.



Gambar 4.6. Grafik nilai pH_{pzc}

Terlihat pada kurva bahwa nilai pH_{pzc} yang didapatkan yaitu 6,24 (HAp 900) dan 6,42 (HAp 1000). Maka pada pH hidroksiapatit memiliki jumlah muatan positif dan muatan negatif yang sama sehingga muatan bersih hidroksiapatit adalah nol. Pada pH yang lebih kecil dari 6,24 dan 6,42 hidroksiapatit akan bermuatan positif sehingga mampu berinteraksi dengan molekul asam humat yang bermuatan negatif pada air gambut secara elektrostatis. Namun pada pH yang lebih besar dari 6,24 dan 6,42 hidroksiapatit akan didominasi oleh muatan negatif sehingga tidak mampu berinteraksi dengan air gambut yang memiliki muatan negatif juga. Oleh karena itu pada pH dibawah 6,24 dan 6,42 dapat dilakukan penjernihan air gambut secara optimum.

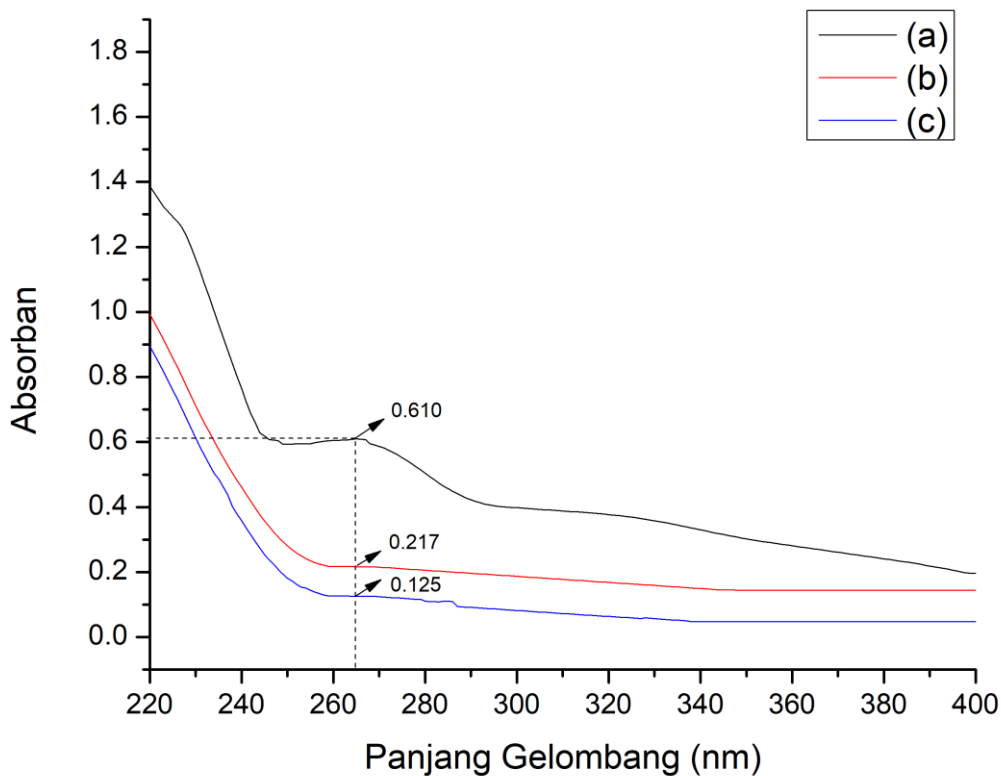
4.8 Pengukuran Spektrum Serapan Air Gambut

4.8.1 Analisis spektrum serapan air gambut dengan spektrofotometri UV

Analisis menggunakan spektrofotometri bertujuan untuk menentukan panjang gelombang maksimum dengan absorbansi maksimum untuk menghilangkan kandungan zat organik yang ada pada air gambut. Panjang gelombang maksimum dari suatu senyawa sangat karakteristik oleh struktur dari senyawa tersebut⁸². Seperti yang diketahui bahwa air gambut mengandung asam humat dan asam fulvat¹⁴. Oleh karena itu diukur panjang gelombang untuk air gambut pada rentang 220-400 nm. Pengabsorbsian sinar UV oleh suatu molekul umumnya menghasilkan eksitasi elektron bonding akibatnya panjang gelombang absorpsi maksimum dapat dikorelasikan dengan jenis ikatan yang ada didalam molekul yang sedang diselidiki. Sinar tampak merupakan energi yang bila mengenai elektron-elektron tersebut, maka elektron akan tereksitasi dari keadaan dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Eksitasi elektron-elektron ini, direkam dalam bentuk spektrum yang dinyatakan sebagai panjang gelombang dan absorbansi, sesuai dengan jenis elektron-elektron yang terdapat dalam molekul yang dianalisis. Semakin mudah elektron-elektron bereksitasi makin besar panjang gelombang yang diabsorpsi, makin banyak elektron yang bereksitasi makin tinggi absorbansi¹⁹.

Setelah dilakukan pengukuran didapatkan panjang gelombang maksimum air gambut pada 265 nm. Pada penelitian sebelumnya yaitu Hermansyah Aziz (2015) menggunakan panjang gelombang maksimum 265 nm untuk penjernihan air gambut, pada penelitian Vera Febrianti (2016) menggunakan panjang gelombang maksimum 265,45 nm dalam proses penjernihan air gambut, dan pada penelitian Zainul (2020), digunakan Panjang gelombang air maksimum gambut pada 265 nm^{19,83,84}. Pada Panjang gelombang maksimum air gambut didapatkan besar absorbansi 0,610.

Perbandingan dilakukan pada hasil pengukuran absorban air gambut sebelum dan sesudah penjernihan pada panjang gelombang maksimum (265 nm). Hal ini bertujuan untuk melihat persentase penurunan absorban yang menandakan berkurangnya senyawa organik yang ada pada air gambut. Semakin rendah absorban air gambut maka semakin banyak kandungan asam humat dan asam fulvat yang berkurang.



Gambar 4.7. Spektrum UV air gambut sebelum dan sesudah penjernihan (a) Air gambut sebelum penjernihan (b) Air gambut setelah penjernihan dengan HAp 900 (c) Air gambut setelah penjernihan dengan HAp 1000

Setelah dilakukan penjernihan air gambut dalam kondisi optimum yang memiliki pH 2 dengan menggunakan massa hidroksiapatit 1 g dalam waktu pengadukan 1 jam, terlihat hasilnya cukup baik untuk HAp 900 dan HAp 1000 yang terdapat pada Gambar 4.7. Namun penjernihan menggunakan HAp 1000 hasilnya lebih baik dibandingkan HAp 900. Besar absorban menggunakan HAp 900 pada panjang gelombang maksimum air gambut sebesar 0,217 didapatkan persentase penurunan absorban yaitu 64,42%. Sedangkan besar absorban menggunakan HAp 1000 yaitu 0,125 dengan persentase penurunan absorbannya 79,50%. Dapat dilihat pada spektrum terjadi penurunan absorban sebelum dan sesudah dilakukannya penjernihan yaitu dari

0,610 menjadi 0,217 dan 0,125. Hal ini menandakan terjadinya adsorpsi senyawa organik yang terdapat dalam air gambut oleh hidroksiapatit sehingga air gambut menjadi jernih.

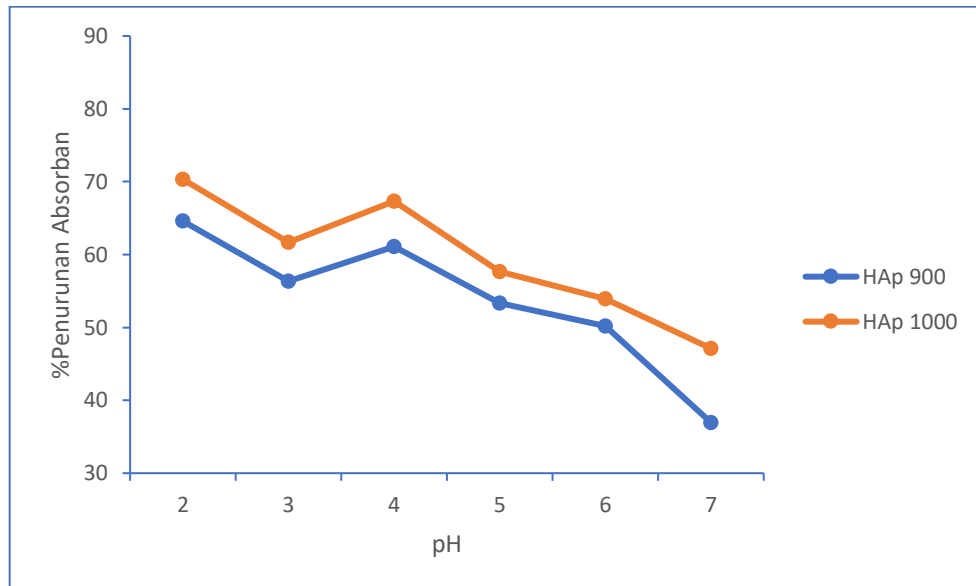
4.8.2 Pengaruh pH Air Gambut terhadap Penjernihan Air Gambut

Persen penurunan absorban air gambut pada panjang gelombang 265 nm dengan adanya pengaruh pH pada air gambut dapat dilihat pada Gambar 4.8. Variasi pH yang digunakan yaitu pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7. Pengaturan pH pada air gambut ini dilakukan dengan menambahkan HNO_3 untuk menurunkan pH, dan menambahkan NH_4OH untuk menaikkan pH. Pada uji ini hidroksiapatit digunakan untuk penjernihan sebanyak 0,5 gram dalam 10 mL air gambut. Berdasarkan grafik pada Gambar 4.8. terlihat persentase penurunan absorban optimum terdapat pada pH 2, baik dengan menggunakan HAp 900 maupun HAp 1000. Persentase penurunan absorban dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut.

$$\% \text{Penurunan A} = \frac{\text{A air gambut} - \text{Asampel}}{\text{A air gambut}} \times 100\% \quad (9)$$

Pada HAp 900 didapatkan persentase penurunan absorban dari pH 2 hingga 7 berturut-turut yaitu 64,59%, 56,31%, 61,07%, 53,36%, 50,16%, dan 36,96%. Sedangkan pada HAp 1000 didapatkan persentase penurunannya berturut-turut yaitu 70,33%, 61,72%, 67,29%, 57,62%, 53,93%, dan 47,13%.

Berdasarkan analisis nilai pH_{pzc} diperoleh pH_{pzc} nya 6,24 (HAp 900) dan 6,42 (HAp 1000). Maka dari itu dapat dilihat pada Gambar 4.8 bahwa kemampuan hidroksiapatit dalam menjernihkan air gambut lebih maksimal pada rentang pH 2 hingga 6 dimana pH ini lebih rendah dari nilai pH_{pzc} . Hal ini dikarenakan permukaan hidroksiapatit didominasi oleh muatan positif yang mampu berinteraksi dengan senyawa organik yang memiliki muatan negatif pada air gambut secara elektrostatik. Namun pada pH 7 (pH lebih besar dari nilai pH_{pzc}) kemampuan hidroksiapatit dalam menjernihkan air gambut semakin tidak bagus. Hal ini dikarenakan hidroksiapatit lebih didominasi oleh muatan negatif sehingga interaksi yang terjadi kurang maksimal karena air gambut memiliki senyawa organik yang bermuatan negatif pula. Oleh karena itu penjernihan air gambut secara optimum dapat dilakukan pada rentang pH 2 hingga 6 (pH lebih rendah dari pH_{pzc}). Gambar 4.9 juga memperlihatkan bahwa pada pH 7 air gambut menjadi lebih keruh dibandingkan dengan penjernihan pada pH 2 hingga 6.



Gambar 4.8. Pengaruh variasi pH terhadap penurunan absorban air gambut menggunakan HAp 900 dan HAp 1000

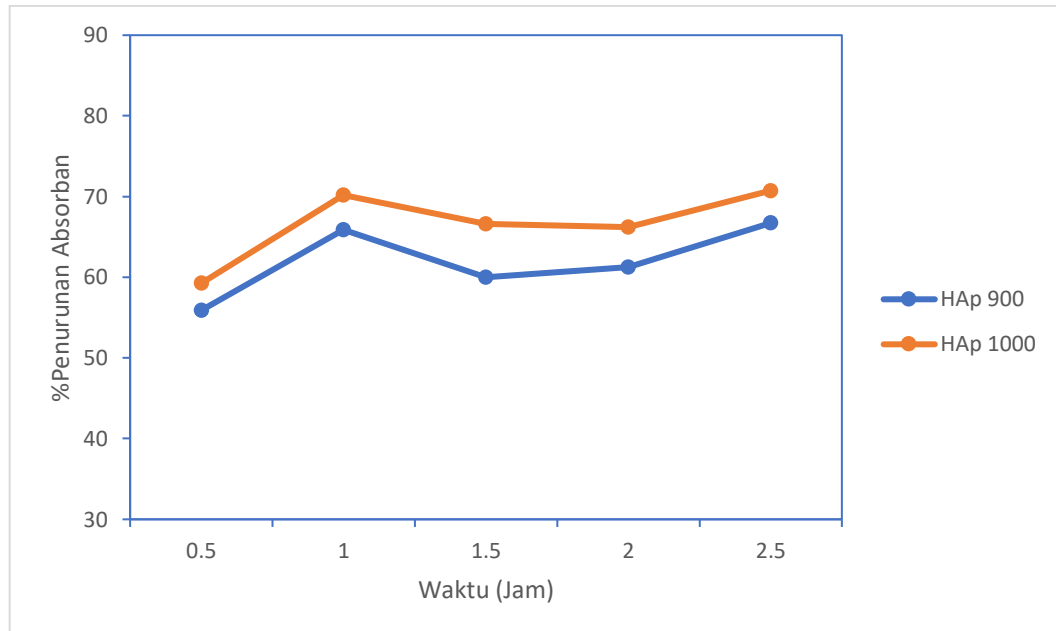


Gambar 4.9. Hasil penjernihan air gambut dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6 dan 7
(a) HAp 900 pH 2-6 (b) HAp 1000 pH 2-6 (c) HAp 900 pH 7 (d) HAp 1000 pH 7 (e) Air gambut sebelum penjernihan

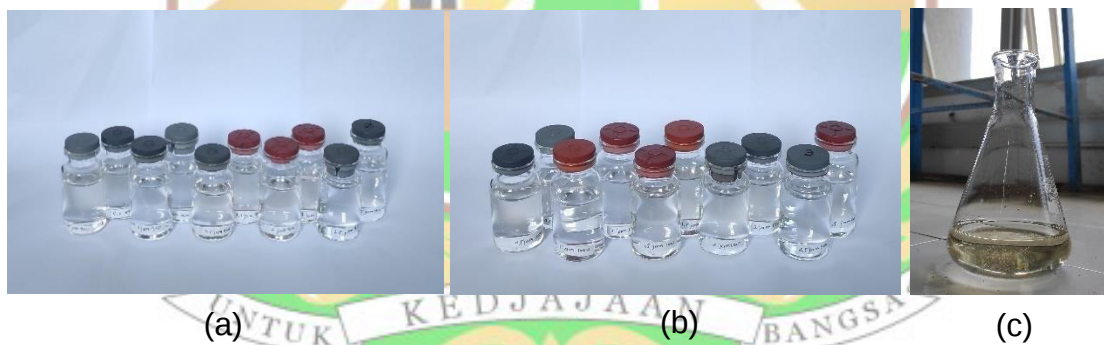
4.8.3 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penjernihan Air Gambut

Persen penurunan absorban air gambut pada panjang gelombang 265 nm dengan adanya pengaruh waktu kontak dapat dilihat pada Gambar 4.10. Variasi waktu pengadukan dilakukan pada 0,5 jam, 1 jam, 1,5 jam, 2 jam, dan 2,5 jam. Pengadukan dilakukan menggunakan rotary shaker dengan kecepatan 250 rpm. Pada uji ini hidroksiapatit digunakan untuk penjernihan sebanyak 0,5 gram dalam 10 mL air gambut. Air gambut telah diatur pada pH 2 yang merupakan pH optimum dalam penjernihan. Berdasarkan grafik pada HAp 900 didapatkan persentase penurunan absorban dari waktu terendah hingga tertinggi berturut-turut yaitu 55,90%, 65,90%, 60,00%, 61,23% dan 66,72%. Sedangkan pada HAp 1000 didapatkan persentase penurunan absorbannya berturut-turut yaitu 59,26%, 70,16%, 66,64%, 66,23%, dan 70,74%. Dapat dilihat pada waktu kontak 1 jam dan 2,5 jam hampir sama-sama tinggi, baik pada HAp 900 yaitu 65,90% dan 66,72% maupun pada HAp 1000 yaitu 70,16%

dan 70,74%. Namun setelah dilakukan uji *one way* ANOVA pada waktu kontak 2,5 jam didapatkan data yang tidak signifikan dibandingkan dengan waktu kontak 1 jam. Oleh karena itu waktu kontak optimum hidroksiapatit dalam penjernihan air gambut adalah 1 jam.



Gambar 4.10. Pengaruh variasi waktu kontak terhadap penurunan absorban air gambut menggunakan HAp 900 dan HAp 1000

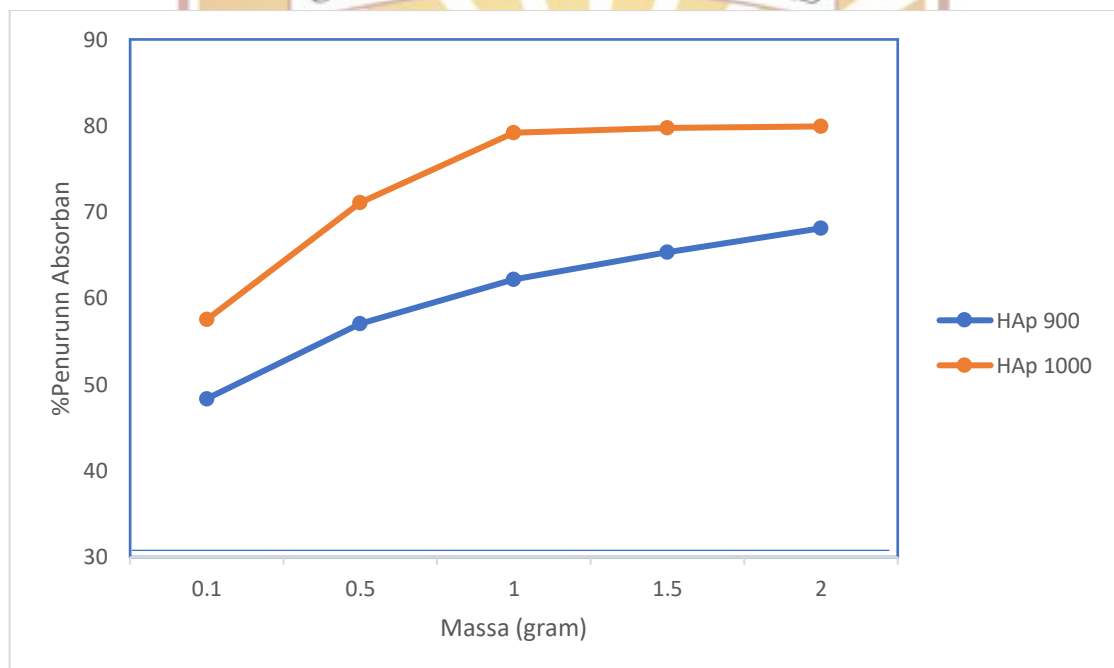


Gambar 4.11. Hasil penjernihan air gambut dengan variasi waktu kontak 0,5 jam; 1 jam; 1,5 jam; 2 jam; dan 2,5 jam (a) HAp 900 (b) HAp 1000 (c) Air gambut sebelum penjernihan

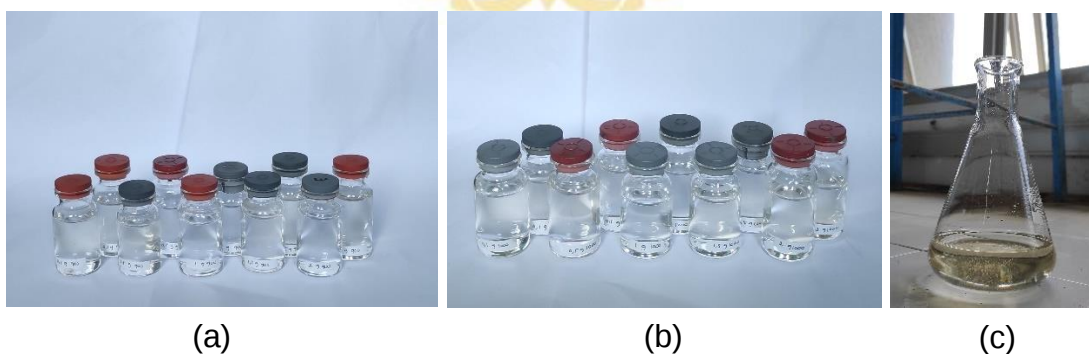
4.8.4 Pengaruh Massa Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut

Persen penurunan absorban air gambut pada panjang gelombang 265 nm dengan adanya pengaruh massa hidroksiapatit untuk penjernihan dapat dilihat pada Gambar 4.12. Variasi Massa yang digunakan yaitu 0,1 g, 0,5 g, 1 g, 1,5g, dan 2 g. Pada uji ini hidroksiapatit dimasukkan dalam 10 mL air gambut yang telah diatur pada pH 2 yang merupakan pH optimum dalam penjernihan. Pengadukan dilakukan dengan rotary

shaker pada kecepatan 250 rpm selama 2,5 jam yang merupakan waktu optimum dalam penjernihan air gambut. Pada HAp 900 didapatkan persentase penurunan absorbansi dari massa terendah hingga tertinggi berturut-turut yaitu 48,36%, 57,05%, 62,21%, 65,33% dan 68,11%. Sedangkan pada HAp 1000 didapatkan persentase penurunan absorbansinya berturut-turut yaitu 57,54%, 71,07%, 79,18%, 79,75%, dan 79,92%. Dapat dilihat pada massa 1 g; 1,5 g dan 2 g hampir sama-sama tinggi, baik pada HAp 900 yaitu 62,21%, 65,33% dan 68,11% maupun pada HAp 1000 yaitu 79,18%, 79,75%, dan 79,92%. Namun setelah dilakukan uji *one way* ANOVA pada 1 g; 1,5 g; dan 2 g didapatkan data yang tidak signifikan. Oleh karena itu untuk penjernihan air gambut yang lebih efisien, digunakanlah massa hidroksiapatit 1 g.



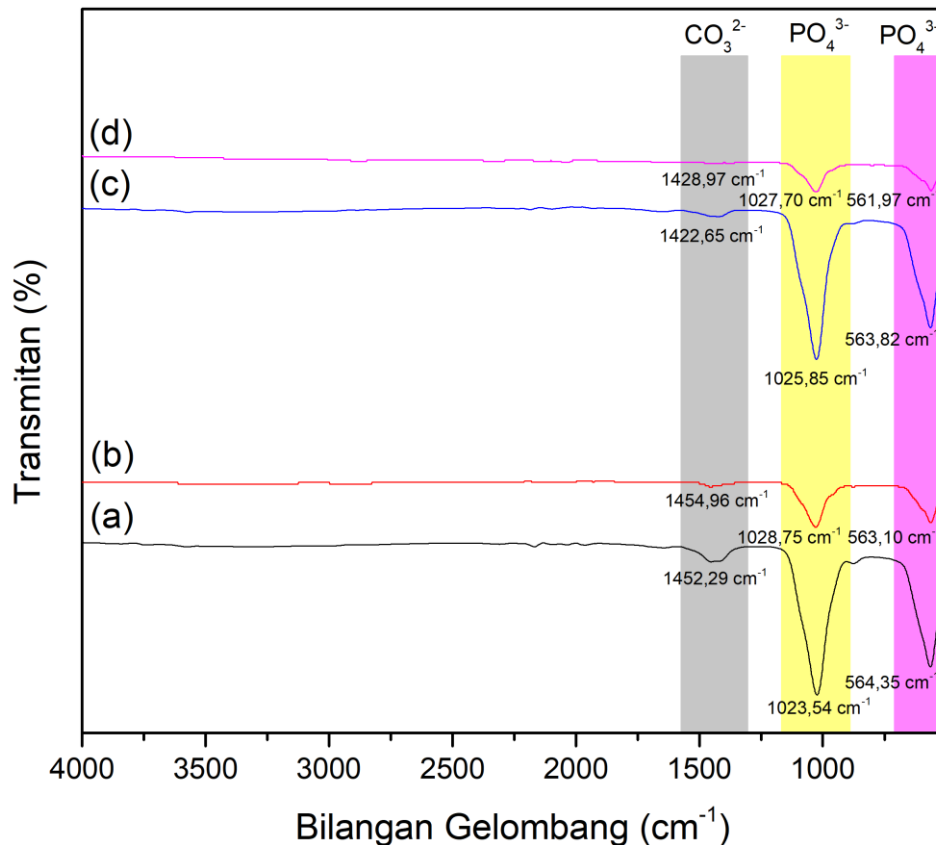
Gambar 4.12. Pengaruh variasi massa terhadap penurunan absorbansi air gambut menggunakan HAp 900 dan HAp 1000



Gambar 4.13. Hasil penjernihan air gambut dengan variasi Massa 0,1 g; 0,5 g, 1 g, 1,5 g; dan 2 g (a) HAp 900 (b) HAp 1000 (c) Air gambut sebelum penjernihan

4.9 Analisis FTIR Hidroksiapatit setelah Penjernihan

Gambar 4.14 menunjukkan perbandingan spektrum FTIR dari hidroksiapatit sebelum penjernihan dan setelah penjernihan air gambut, baik dengan menggunakan HAp 900 maupun HAp 1000.



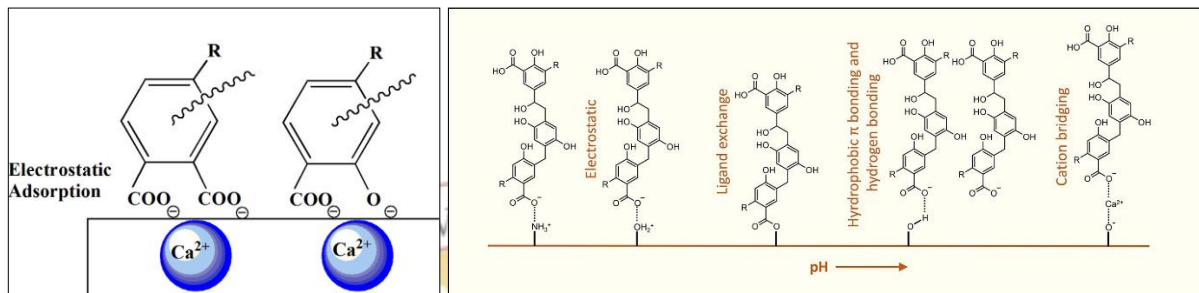
Gambar 4.14. Perbandingan spektrum FTIR hidroksiapatit sebelum dan sesudah penjernihan (a) HAp 900 Sebelum Penjernihan (b) HAp 900 Sesudah Penjernihan (c) HAp 1000 Sebelum Penjernihan (d) HAp 1000 Sesudah Penjernihan

Terlihat pada spektrum FTIR terjadi sedikit pergeseran bilangan gelombang dari sebelum penjernihan dengan setelah penjernihan. Pada HAp 900 gugus fosfat bergeser dari $564,35 \text{ cm}^{-1}$ menjadi $563,10 \text{ cm}^{-1}$, dan dari $1023,54 \text{ cm}^{-1}$ menjadi $1028,75 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada HAp 1000 gugus fosfat bergeser dari $563,82 \text{ cm}^{-1}$ menjadi $561,97 \text{ cm}^{-1}$, dan dari $1025,85 \text{ cm}^{-1}$ menjadi $1027,70 \text{ cm}^{-1}$. Pergeseran bilangan gelombang juga terjadi pada gugus karbonat HAp 900 yaitu dari $1452,29 \text{ cm}^{-1}$ menjadi $1454,96 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan pada HAp 1000 gugus karbonat bergeser dari $1422,56 \text{ cm}^{-1}$ menjadi $1428,97 \text{ cm}^{-1}$. Terjadinya sedikit pergeseran bilangan

gelombang ini menandakan bahwa terjadinya interaksi antara senyawa organik yang terdapat dalam air gambut dengan gugus fosfat dan karbonat pada hidroksiapatit.

4.10 Mekanisme Penjernihan Air Gambut oleh Hidroksiapatit

Berikut ini adalah usulan mekanisme penjernihan air gambut oleh hidroksiapatit sebagaimana terlihat pada Gambar 4.15.

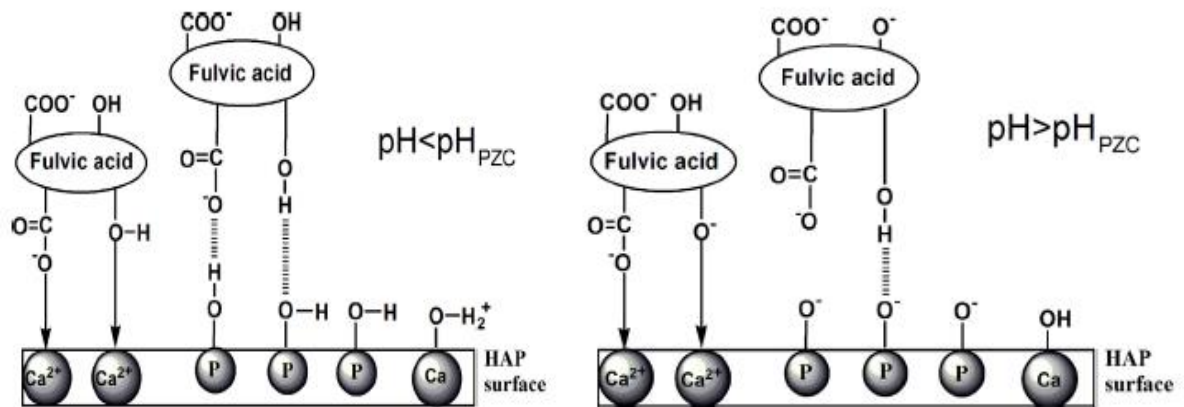


Gambar 4.15. Kemungkinan interaksi hidroksiapatit dengan senyawa organik pada air gambut^{85,86}

Pada mekanisme tersebut terjadi interaksi elektrostatis antara hidroksiapatit dengan air gambut. Di bawah pH_{pzc} , proton dalam larutan berkurang karena protonasi permukaan fosfat $\equiv PO^-$ dan gugus $\equiv CaOH$ sehingga meningkatkan nilai pH. Sementara gugus $\equiv CaOH_2^+$ dan gugus netral $\equiv POH$ lebih dominan pada permukaan hidroksiapatit menyebabkan muatan permukaan hidroksiapatit menjadi positif pada daerah ini. Karena itu adsorpsi asam humat ke hidroksiapatit dapat tercapai melalui interaksi elektrostatis antara molekul asam humat yang bermuatan negatif dengan permukaan hidroksiapatit yang bermuatan positif^{87,88}. Sesuai dengan penelitian ini dimana didapatkan nilai pH_{pzc} 6,24 dan 6,42 serta pH optimum penjernihan air gambut adalah 2 sehingga terjadi interaksi elektrostatis dalam penjernihan air gambut.

Teori ini juga didukung oleh Wei et al (2015) dimana ia mempelajari mekanisme penghilangan asam humat dari larutan berair menggunakan hidroksiapatit. Apabila larutan memiliki pH di bawah pH_{pzc} maka permukaan hidroksiapatit akan bermuatan positif. Hal ini dikarenakan terjadinya protonasi pada ikatan P-O⁻ pada PO_4^{3-} membentuk P-OH (netral) dan CaOH membentuk $CaOH_2^+$ (bermuatan positif), sehingga permukaan hidroksiapatit didominasi oleh muatan positif. Maka dari itu dapat terjadi reaksi elektrostatis antara hidroksiapatit dengan asam humat atau asam fulvat. Disisi lain, oksigen dari gugus fungsi asam humat atau asam fulvat juga dapat berinteraksi melalui interaksi asam-basa lewis dengan Ca^{2+} dari hidroksiapatit. Selain itu, interaksi hidroksiapatit dengan larutan pada kondisi pH di bawah pH_{pzc} juga dapat dicapai melalui ikatan hidrogen, seperti gugus P-OH pada permukaan hidroksiapatit

berinteraksi dengan gugus karboksilat dari asam humat sehingga membentuk ikatan hidrogen⁸⁷. Mekanisme adsorpsi asam fulvat ke permukaan hidroksiapatit yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.16



Gambar 4.16. Mekanisme adsorpsi asam fulvat ke permukaan hidroksiapatit⁸⁷



BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit (HAp) menggunakan metode hidrotermal. Hasil XRD menunjukkan terbentuknya fase kristal hidroksiapatit yang berukuran kristal 18,7728 nm dengan kristalinitas 90,93% (HAp 900) dan ukuran kristal 18,5052 nm dengan kristalinitas 89,84% (HAp 1000). Pada hasil XRF HAp 900 diperoleh rasio Ca/P sebesar 1,54 dan pada HAp 1000 diperoleh rasio Ca/P sebesar 1,52. Sedangkan pada hasil EDX diperoleh rasio Ca/P sebesar 1,57 untuk HAp 900 dan 1,56 untuk HAp 1000. Pola spektrum FTIR HAp 900 terdapat gugus fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang $478,04\text{ cm}^{-1}$; $564,35\text{ cm}^{-1}$; dan $1023,54\text{ cm}^{-1}$; sedangkan pada HAp 1000 juga terdapat gugus fosfat pada bilangan gelombang $476,63\text{ cm}^{-1}$; $563,82\text{ cm}^{-1}$; dan $1025,85\text{ cm}^{-1}$. SEM menunjukkan morfologi yang berpori dan berbentuk gumpalan pada HAp 900 dan 1000. HAp mampu berinteraksi dengan senyawa organik dalam air gambut yang ditandai dengan adanya pergeseran bilangan gelombang pada hasil FTIR setelah penjernihan air gambut. Kemampuan penjernihan air gambut oleh hidroksiapatit dicapai kondisi optimum yaitu pH 2 pada air gambut, waktu kontak 1 jam, dengan massa hidroksiapatit 1 g. Persentase penurunan absorban air gambut pada semua kondisi optimum yaitu 64,42% (HAp 900) dan 79,50% (HAp 1000). HAp 1000 memiliki kemampuan yang lebih baik dalam penjernihan air gambut dibandingkan HAp 900.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil yang telah didapatkan, maka untuk penelitian selanjutnya disarankan agar dilakukan studi *reusability* hidroksiapatit untuk mengetahui kemampuan adsorben untuk digunakan kembali, sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan lebih maksimal agar hidroksiapatit yang dihasilkan mampu menjernihkan air dengan lebih optimal dan ekonomis, dan dilakukan penentuan kandungan asam humat dan asam fulvat dalam air gambut agar data yang didapatkan lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Harahap AW, Helwani Z, Zultiniar, Yelmida. Sintesis Hidroksiapatit melalui Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Kerang Darah dengan Metode Hidrotermal pada Variasi pH dan Waktu Reaksi. *Jom FTEKNIK*. 2015;2(2).
2. Tang M, Shen J, Xia X, Jin B, Chen K, Zeng T. A novel microbial induced synthesis of hydroxyapatite with highly efficient adsorption of uranyl(VI). *Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp*. 2022;635(October 2021):128046.
3. Yelten A, Yilmaz S. Various Parameters Affecting the Synthesis of the Hydroxyapatite Powders by the Wet Chemical Precipitation Technique. *Mater Today Proc*. 2016;3(9):2869-2876.
4. Wu SC, Hsu HC, Hsu SK, Tseng CP, Ho WF. Preparation and characterization of hydroxyapatite synthesized from oyster shell powders. *Adv Powder Technol*. 2017;28(4):1154-1158.
5. Alif MF, Aprillia W, Arief S. A hydrothermal synthesis of natural hydroxyapatite obtained from Corbicula molitkiana freshwater clams shell biowaste. *Mater Lett*. 2018;230:40-43.
6. Ben-Arfa BAE, Salvado IMM, Ferreira JMF, Pullar RC. Novel route for rapid sol-gel synthesis of hydroxyapatite, avoiding ageing and using fast drying with a 50-fold to 200-fold reduction in process time. *Mater Sci Eng C*. 2017;70:796-804.
7. Muhara I, Fadli DA, Akbar DF. Sintesis Hidroksiapatit Dari Kulit Kerang Darah Dengan Metode Hidrotermal Suhu Rendah. *Jom FTEKNIK*. 2015;2(1).
8. Wen S, Liu X, Ding J, et al. Hydrothermal synthesis of hydroxyapatite coating on the surface of medical magnesium alloy and its corrosion resistance. *Prog Nat Sci Mater Int*. 2021;31(2):324-333.
9. Rocha JHG, Lemos AF, Agathopoulos S, Kannan S, Valério P, Ferreira JMF. Hydrothermal growth of hydroxyapatite scaffolds from aragonitic cuttlefish bones. *J Biomed Mater Res - Part A*. 2006;77(1):160-168.
10. Wu SC, Tsou HK, Hsu HC, Hsu SK, Liou SP, Ho WF. A hydrothermal synthesis of eggshell and fruit waste extract to produce nanosized hydroxyapatite. *Ceram Int*. 2013;39(7):8183-8188.
11. Arrafiqie MF, Azis Y, Zultiniar. Sintesis Hidroksiapatit dari Limbah Kulit Kerang Lokan (*Geloina expansa*) Dengan Metode Hidrotermal. *Jom FTEKNIK*. 2016;3(1).
12. Zahra F, Fitriah AA, Basuki FR, et al. Rancang Bangun Filter Air Coccoes Jaguar Untuk Mengolah Air Gambut Di Desa Sungai Tering, Kecamatan Nipah Panjang, Kabupaten Tanjung Jabung Timur, Jambi. *J EduFisika*. 2017;02(02):12-17.
13. Suherman D, Sumawijaya N. Menghilangkan Warna Dan Zat Organik Air Gambut Dengan Metode Koagulasi-Flokulasi Suasana Basa. *J Ris Geol dan Pertamb*. 2013;23(2):125.
14. Apriani R, Diah Faryuni I, Wahyuni D, et al. Pengaruh Konsentrasi Aktivator Kalium Hidroksida (KOH) terhadap Kualitas Karbon Aktif Kulit Durian sebagai Adsorben Logam Fe pada Air Gambut. *Prism Fis*. 2013;1(2):82-86.
15. Rahman NA, Jol CJ, Linus AA, Ismail V. Emerging Application of Electrocoagulation for Tropical Peat Water Treatment: A Review. *Chem Eng Process - Process Intensif*. 2021;165(February):108449.
16. Elystia S, Azis Y, Reza M, Ermal DS. Penyisihan Zat Organik dari Air Gambut Menggunakan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Limbah Cangkang Kerang Darah (*Anadara Granosa*). *Semin Nas dan Lingkung II*. Published online 2016:69-75.

17. Reyra AS, Daud S, Yenti SR. Pengaruh Massa dan Ukuran Partikel Adsorben Daun Nanas Terhadap Efisiensi Penyisihan Fe Pada Air Gambut. *Jom FTEKNIK*. 2017;4(2).
18. Stefunny, Titin Anita Zaharah H. Sintesis, Karakterisasi Dan Aplikasi Kitosan Dari Cangkang Udang Wangkang (*Penaeus Orientalis*) Sebagai Koagulan Dalam Menurunkan Kadar Bahan Organik Pada Air Gambut. *Jkk*. 2016;5(3):52-59.
19. Zainul R, Hermansyah H, Arief S, Kurniawati D. Fotokatalis Fototransformasi Asam Humat.; 2020.
20. Naiggolan H, Susilawati. Pengolahan Limbah Cair Industri Perkebunan Dan Air Gambut Menjadi Air Bersih. USU Press; 2011.
21. Zadow R. *The real dirt on humic substances*. Maximum yield canada; 2009.
22. Harfinda EM, Delyani rR Apindiati RK. Ca-alginat untuk adsorpsi fe dan mn pada air gambut ca-alginate for adsorption of fe and mn from peat water. *J Kim Mulawarman Vol 18 Nomor 1 Novemb 2020 Kim FMIPA UNMUL*.
23. Yogaswara D. Adsorpsi Senyawa Polisiklik Aromatik Hidrokarbon (Pah) Oleh Karbon Aktif. *Oseana*. 2019;42(1):1-8. doi:10.14203/oseana.2017.vol.42no.1.33
24. Giyatmi, Kamal Z, Melati D. Penurunan Kadar Cu, Cr dan Ag dalam Limbah Cair Industri Perak di Kotagede setelah Diadsorpsi dengan Tanah Liat dari Daerah Godean. *Semin Nas IV SDM Teknol Nukl*. Published online 2008:99-106.
25. Ginting A. *Esensi Praktis Belajar Dan Pembelajaran*. Humaniora; 2008.
26. Khairunisa R. Kombinasi Teknik Elektrolisis Dan Teknik Adsorpsi Menggunakan Karbon Aktif Untuk Menurunkan Konsentrasi Senyawa Fenol Dalam Air. Universitas Indonesia; 2008.
27. Ferriansyah RM, Hadiangoro S. Penggunaan serbuk tulang ayam sebagai adsorben dengan aktivator hcl dan naoh untuk mengurangi ion logam kromium. *t J Teknol Separasi*. 2021;7(2).
28. Puspitasari RY. Pengaruh Massa Adsorben, Waktu Adsorpsi, Dan Konsentrasi Pewarna Terhadap Daya Adsorpsi Bentonit Pada Pewarna Direct Red Teknis. Universitas Negeri Yogyakarta; 2012.
29. Sitorus S. Remediasi Pasir Terkontaminasi Dengan Metode Pencucian Kolom Dengan Peningkatan Surfaktan Berbahan Baku Sodium Dodecyl Sulphate (SDS). Universitas Sumatera Utara; 2016.
30. Irawan C. Pengaruh konsentrasi adsorbat terhadap efektivitas penurunan logam fe dengan menggunakan fly ash sebagai adsorben. *Seminastika*. Published online 2018:291-293.
31. Mozartha M. Hidroksiapatit Dan Aplikasinya Di Bidang Kedokteran Gigi. *Cakradonya Dent J*. 2015;7(2)(2):807-868.
32. Ningsih RP, Wahyuni N, Destiarti L. Sintesis Hidroksiapatit Dari Cangkang Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) Dengan Variasi Waktu Pengadukan. *J Kim Khatulistiwa*. 2014;3(1):22-26.
33. Mutmainnah. Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari tulang ikan tuna sirip kuning (*thunnus albacores*) dengan metode presipitasi. UIN Alauddin Makassar; 2016.
34. Warastuti Y, Abbas B. Sintesis dan Karakterisasi Pasta Injectable Bone Substitute Iradiasi Berbasis Hidroksiapatit. *A Sci J Appl isotopes Radiat*. 2011;7(2):73-82.
35. Benataya K, Lakrat M, Elansari LL, Mejdoubi E. Synthesis of B-type carbonated hydroxyapatite by a new dissolution-precipitation method. *Mater Today Proc*. 2020;31:S83-S88.
36. Nirmalasari L, Oley MC, Prasetyo E, Hatibie M, Loho LL. Pengaruh pemberian

- plasma kaya trombosit dan karbonat hidroksiapatit pada proses penutupan defek tulang kepala hewan coba tikus. *J Biomedik*. 2016;8(3):172-178.
37. Purwasasmita BS, Gultom RS. Sintesis Dan Karakterisasi Serbuk Hidroksiapatit Skala Sub-Mikron Menggunakan Metode Presipitasi. *J Bionatura*. 2008;10(2):155-167.
 38. Arokiasamy P, Al Bakri Abdullah MM, Abd Rahim SZ, et al. Synthesis methods of hydroxyapatite from natural sources: A review. *Ceram Int*. 2022;48(11):14959-14979.
 39. Jamarun N, Yulfitrin, Arief S. Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (Pcc) Dari Batu Kapur Dengan Metoda Kaustik Soda. *J Ris Kim*. 2007;1(1).
 40. Wardhani S, Syakirah M, Purwonugroho D. Pengaruh temperatur sintesis precipitated calcium carbonate (PCC) dengan modifier terhadap ukuran dan jenis kristal. 2021;10(1):1-6.
 41. Yoshimura M, Byrappa K. Hydrothermal processing of materials: Past, present and future. *J Mater Sci*. 2008;43(7):2085-2103.
 42. Dewi SH, Ridwan. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄ Magnetik untuk Adsorpsi Kromium Heksavalen. *J Sains Mater Indones*. 2012;13(2):136-140.
 43. Kosmulski M. pH-dependent surface charging and points of zero charge. IV. Update and new approach. *J Colloid Interface Sci*. 2009;337(2):439-448.
 44. Fadilla PJ. Pemanfaatan Bottom Ash Sebagai Adsorben Zat Warna Dan Cod Limbah Industri Tekstil (Studi Kasus PT KCI Kabupaten Bandung). Institut Teknologi Nasional Bandung; 2021.
 45. Kartawijaya B. Spektrofotometer Uv-Vis. *Andaru Persada Mandiri*. Published online 2019:3.
 46. Dachriyanus. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK) Universitas Andalas; 2004.
 47. Suhartati T. *Dasar-Dasar Spektrofotometri Uv-Vis Dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Aura cv. Anugrah Utama Raharja; 2017.
 48. Suryanarayana C, Norton MG. X-Ray Diffraction A Practical Approach. Plenum Publishing Corporation; 1998.
 49. Christyaningsih RY, Diponegoro U. Aplikasi Fisika Kuantum-Hamburan Pada " X-Ray Diffraction (XRD)". 2020;(June).
 50. Solovyov L. X-Ray Fluorescence Spectrometry. PANalytical B. V.; 2009.
 51. Saksono N. Iodometri Dan X-Ray Fluorescence. *Makara Teknol*. 2002;6(3):89-94.
 52. Brouwer P. Theory of XRF Getting Acquainted with The Principles. PANalytical B.V.; 2010.
 53. Scientific T. Introduction to Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *Thermo Sci*. Published online 2021:1-8.
 54. Rahman GV. Karakterisasi Gugus Fungsi Hidroksiapatit Cangkang Keong Macan (Babylonia Spirata) Dan Keong Unam (Pugilina Cochlidium) Sebagai Kandidat Bahan Cangkok Tulang Di Bidang Periodonsia. Universitas Sumatera Utara; 2019.
 55. Chatwall G. Spectroscopy Atomic and Molecule. Himalaya Publishing House, Bombay; 1985.
 56. Harmita. *Analisis Fisika Kimia*. Departemen Farmasi FMIPA-UI; 2006.
 57. Gunawan B, Azhari CD. Karakterisasi Spektrofotometri IR dan Scanning Electron Microscopy (SEM) Sensor Gas Dari Bahan Polimer Poly Ethelyn Glycol

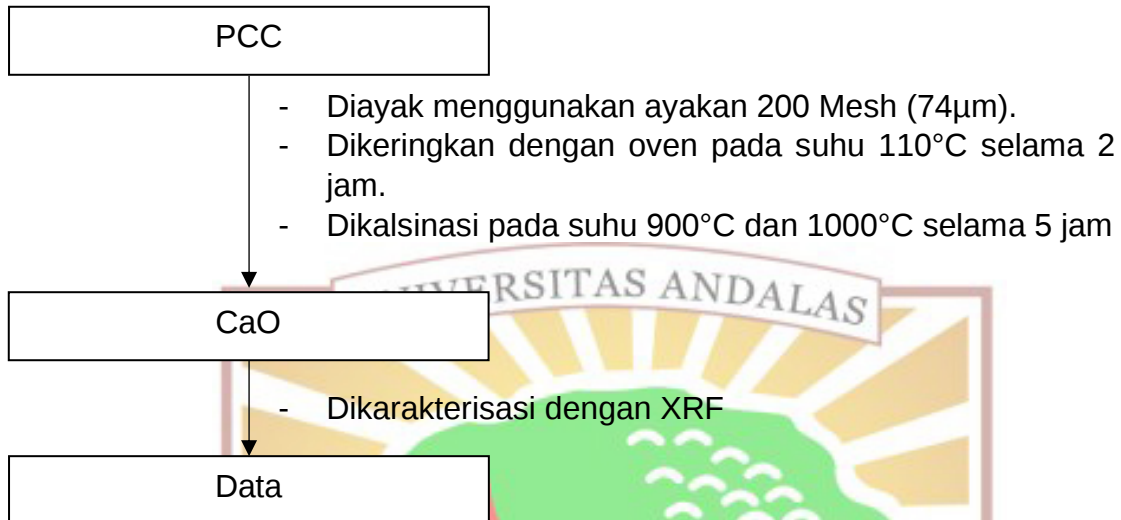
- (PEG). *J sains dan Teknol.* Published online 2010.
58. Julinawati, Marlina, Nasution R, Sheilatina. Applying SEM-EDX Techniques to Identifying The Types of Mineral of Jades (Giok) Takengon, Aceh. *J Nat.* 2015;15(2).
 59. Goldstein J. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: Third Edition. Springer US; 2003.
 60. Alif A, Arief S, Alif MF, Adlan F. Metode Pembuatan Kalsium Karbonat terpresipitasi dengan memanfaatkan Gas-Buang CO₂ Limbah Industri. *Paten Indones.* 2019;19.
 61. Sanosh KP, Chu MC, Balakrishnan A, Kim TN, Cho SJ. Utilization of biowaste eggshells to synthesize nanocrystalline hydroxyapatite powders. *Mater Lett.* 2009;63(24-25):2100-2102.
 62. Noviyanti AR, Akbar N, Deawati Y, et al. A novel hydrothermal synthesis of nanohydroxyapatite from eggshell-calcium-oxide precursors. *Heliyon.* 2020;6(4):e03655.
 63. Diba RF, AMalia V, Hadisantoso EP, Rohmatulloh Y. Adsorpsi Ion Logam Tembaga (li) Dalam Air Dengan Serbuk Tulang Ikan Gurame (Osphronemus gourami Lac). 2017;4(2).
 64. Wahyuningsih F, Sediawan WB, Ariyanto T, Widiyati S. Kinetika Kalsinasi Seria Zirkonia dari Proses Gelasi Eksternal. 2016;10:16-22.
 65. Meilianti. Isolasi Kalsium Oksida (CaO) Pada Cangkang Sotong (Cuttlefish) Dengan Proses Kalsinasi Menggunakan Asam Nitrat Dalam Pembuatan Precipitated Calcium Carbonat (PCC). 2017;2(1):1-8.
 66. Fadhilah R, Kurniawan RA, Icha MM. Synthesis Of Hydroxyapatit From Ale-Ale (Meretrix Spp) Shell As Bone Graft Material. 2015;12(1):44-50.
 67. Wardiana AE, Shalli FG, Saputra EC, Cahyaningrum SE. Utilization Of Limestone As Hydroxyapatite Raw Material. 2019;8(2).
 68. Fitri N, Yusibani E, Yufita E. Identifikasi Kandungan Material Perekat pada Benteng Purba di Kawasan Aceh Besar Menggunakan XRF. *Phys Sociesty.* 2016;5(2):14-18.
 69. Suryadi. Sintesis Dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit Dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Universitas Indonesia; 2011.
 70. Elliott JC. *Structure and Chemistry of the Apatites and Other Calcium Orthophosphates.* Elsevier; 1994.
 71. Afifah F, Cahyaningrum E. Sintesis Dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi (Bos Taurus) Menggunakan Teknik Kalsinasi. 2020;9(3):189-196.
 72. Lala S, Satpati B, Kar T, Pradhan SK. Structural and microstructural characterizations of nanocrystalline hydroxyapatite synthesized by mechanical alloying. *Mater Sci Eng C.* 2013;33(5):2891-2898.
 73. Raynaud S, Champion E, Bernache-Assollant D, Thomas P. Calcium phosphate apatites with variable Ca/P atomic ratio I. Synthesis, characterisation and thermal stability of powders. *Biomaterials.* 2002;23(4):1065-1072.
 74. Anggresani L, Perawati S, Diana F, Sutrisno D. Pengaruh Variasi Perbandingan Mol Ca / P Pada Hidroksiapatit Berpori Tulang Ikan Tenggiri (Scomberomorus guttatus). 2020;12(1):55-64.
 75. Ngatijo N, Bemis R, Heriyanti H, Rahmi R, Ulwan N, Basuki R. Synthesis and Characterization of Nano-sized Carbonated Calcium Hydroxyapatite (CHAp) from Rebon shrimp (Acetes erythraeus) as a Candidate for Dental Restoring Application. *J Kim Val.* 2021;7(2):108-117.
 76. Safarzadeh M, Ramesh S, Tan CY, et al. Sintering behaviour of carbonated hydroxyapatite prepared at different carbonate and phosphate ratios. *Bol la Soc*

- Esp Ceram y Vidr.* 2020;59(2):73-80.
77. Agbabiaka OG, Oladele IO, Akinwekomi AD, et al. Effect of calcination temperature on hydroxyapatite developed from waste poultry eggshell. *Sci African.* 2020;8:e00452.
 78. Mocanu AC, Miculescu F, Miculescu M, et al. Comprehensive analysis of compatible natural fibre as sacrificial porogen template for tailored ceramic 3D bioproducts destined for hard tissue reconstruction. *Ceram Int.* 2021;47(4):5318-5334.
 79. Adi K, Asmi D. Sintesis dan Karakterisasi Biokeramik Hidroksiapatit Bahan Tulang Sapi pada Suhu 800-1100. 2014;02(02):125-130.
 80. Hevira L, Zilfa, Rahmayeni, Ighalo JO, Zein R. Biosorption of indigo carmine from aqueous solution by Terminalia Catappa shell. *J Environ Chem Eng.* 2020;8(5):104290.
 81. Zein R, Ramadhani P, Aziz H, Suhaili R. Pensi shell (*Corbicula moltkiana*) as a biosorbent for metanil yellow dyes removal: pH and equilibrium model evaluation. *J Litbang Ind.* Published online 2019:15-22.
 82. Ratri MC. Validasi Metode Analisis Surfaktan Anionik Natrium Dodesil Benzene Sulfonat (Sdbs) Dalam Ikan Lele Secara Spektrofotometri Uv-Vis Menggunakan Acridine Orange. *ALCHEMY J Penelit Kim.* 2017;13(2).
 83. Aziz H, Alif A, Ariani R, Trisna L, Wahyuni A. Biomaterials supported with titania as photocatalyst in peat water purification. 2015;7(September):4-10.
 84. Febrianti V. Penggunaan Zn/Kayu Surian (*Toona Sinensis*) Sebagai Reaktor Fotokatalitik Dalam Proses Penjernihan Air Gambut. Universitas Andalas; 2016.
 85. Jiang L, Li Y, Shao Y, et al. Enhanced removal of humic acid from aqueous solution by novel stabilized nano-amorphous calcium phosphate: Behaviors and mechanisms. *Appl Surf Sci.* 2018;427:965-975.
 86. Islam MA, Morton DW, Johnson BB, Angove MJ. Adsorption of humic and fulvic acids onto a range of adsorbents in aqueous systems, and their effect on the adsorption of other species: A review. *Sep Purif Technol.* 2020;247(April):116949.
 87. Wei W, Yang L, Zhong W, Cui J, Wei Z. Mechanism of enhanced humic acid removal from aqueous solution using poorly crystalline hydroxyapatite nanoparticles. *Dig J Nanomater Biostructures.* 2015;10(2):663-680.
 88. Smičiklas I, Dimović S, Plečaš I, Mitrić M. Removal of Co^{2+} from aqueous solutions by hydroxyapatite. *Water Res.* 2006;40(12):2267-2274.

LAMPIRAN

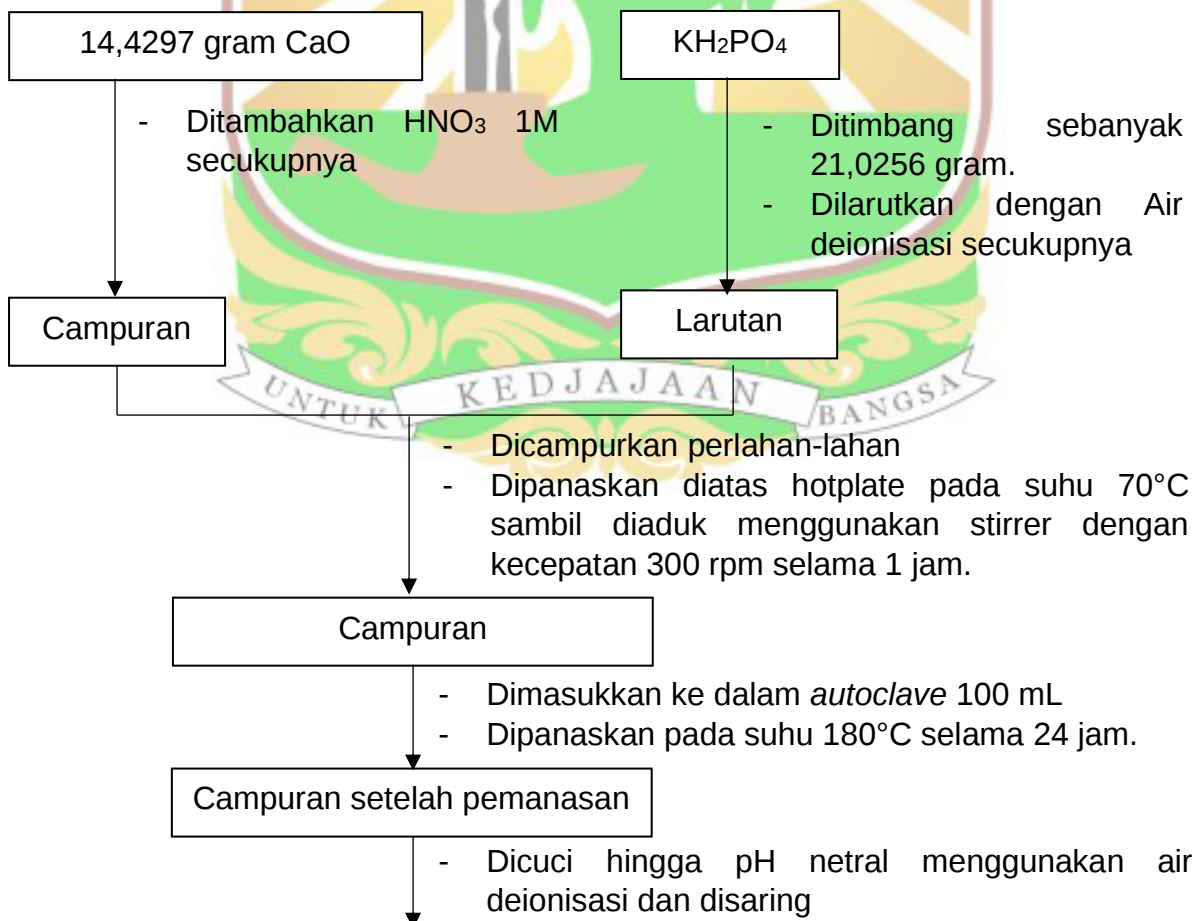
Lampiran 1. Skema Kerja Penelitian

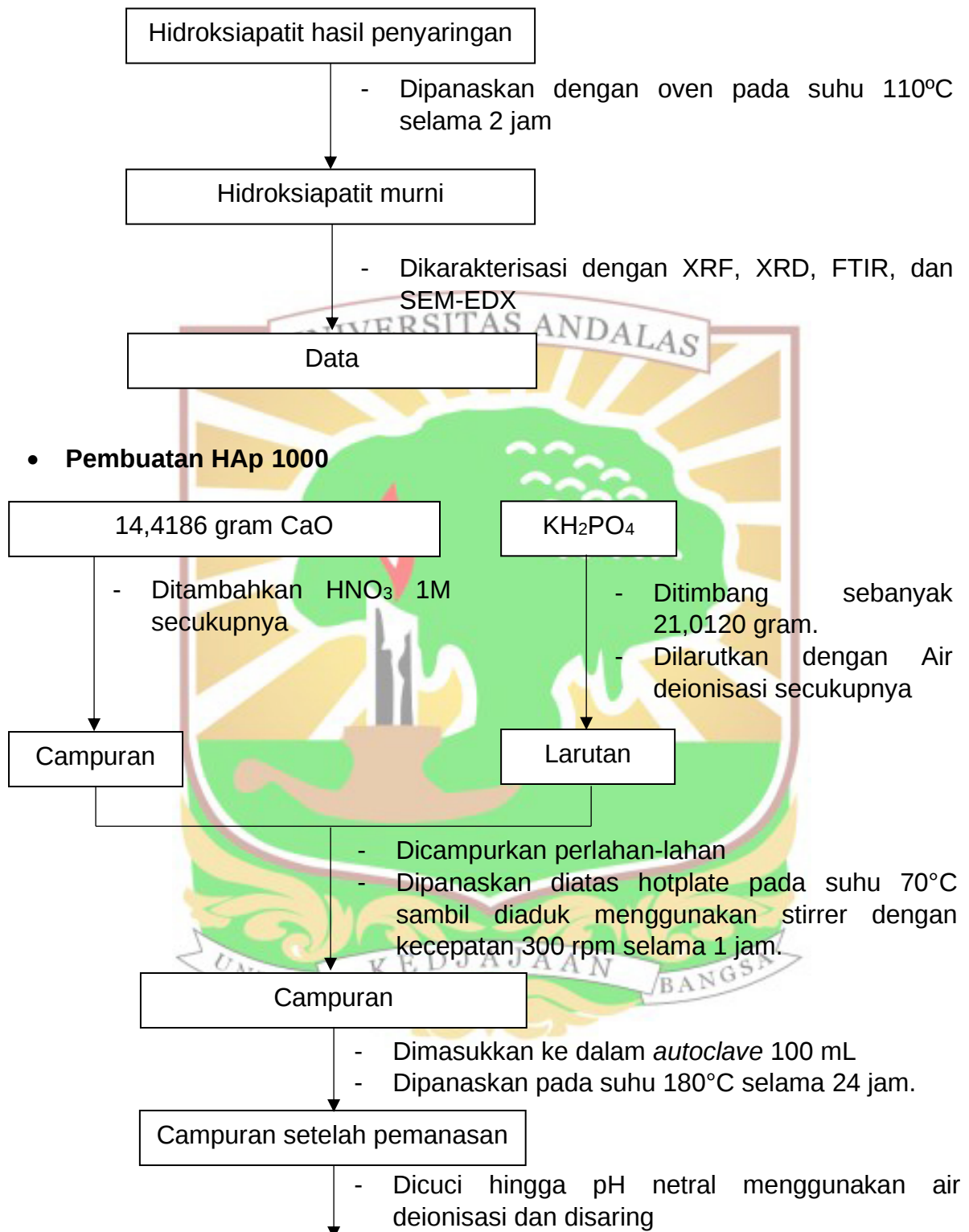
1.1 Skema Kerja Preparasi CaO

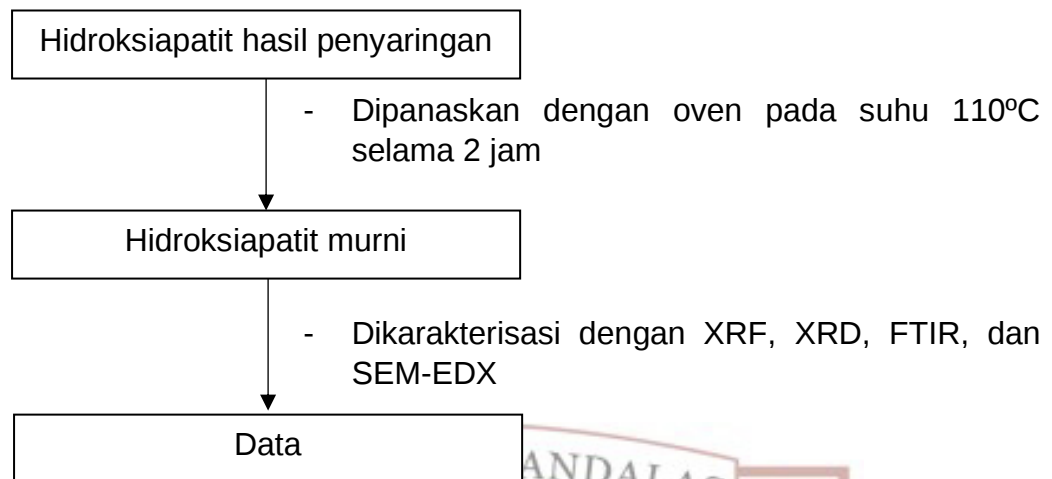


1.2 Skema Kerja Sintesis Hidroksiapatit

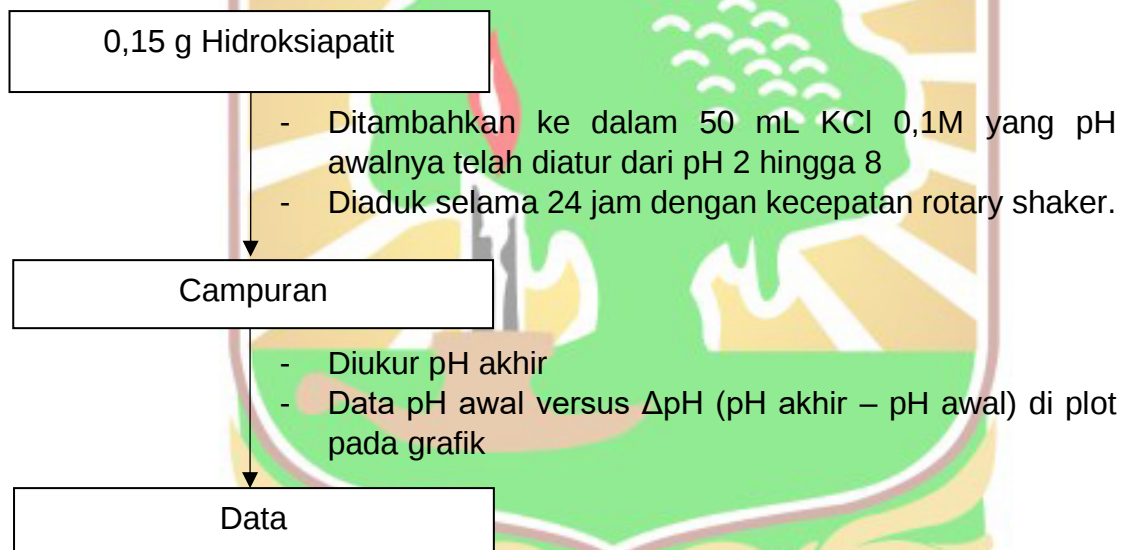
• Pembuatan HAp 900



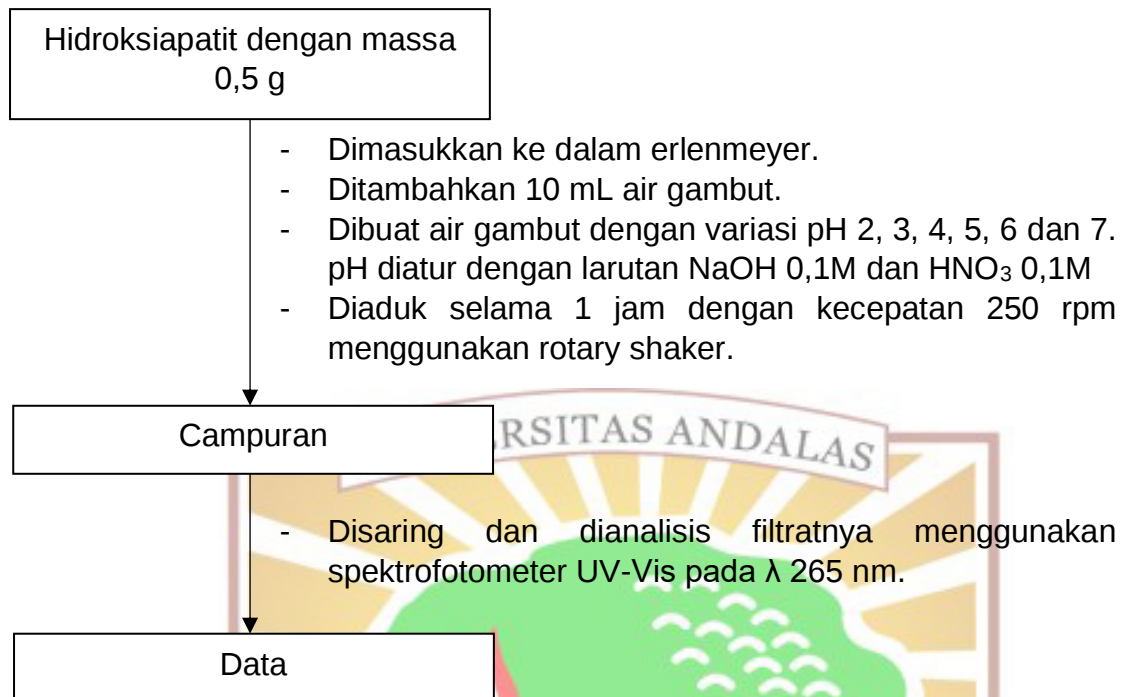




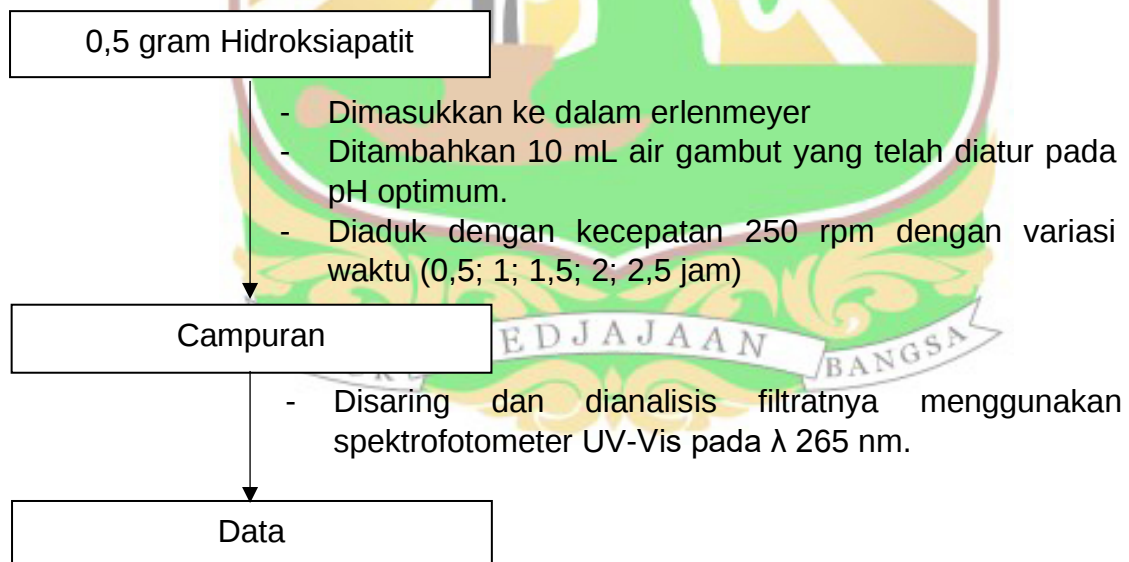
1.3 Penentuan Nilai pH *Point of Zero Charge* (pH_{pzc})



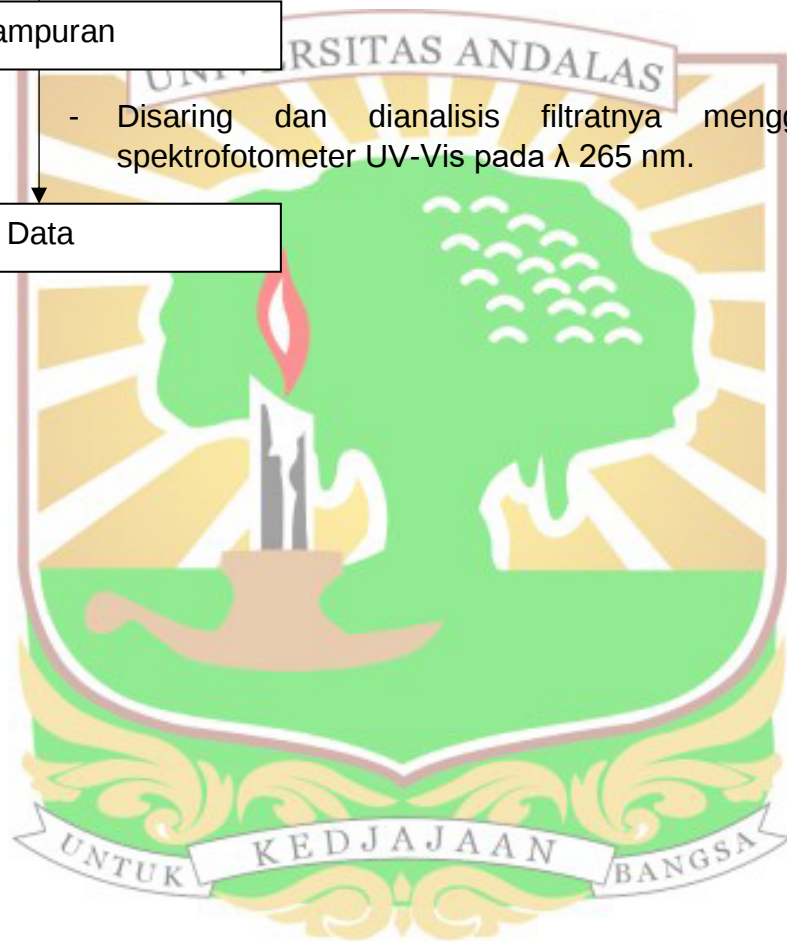
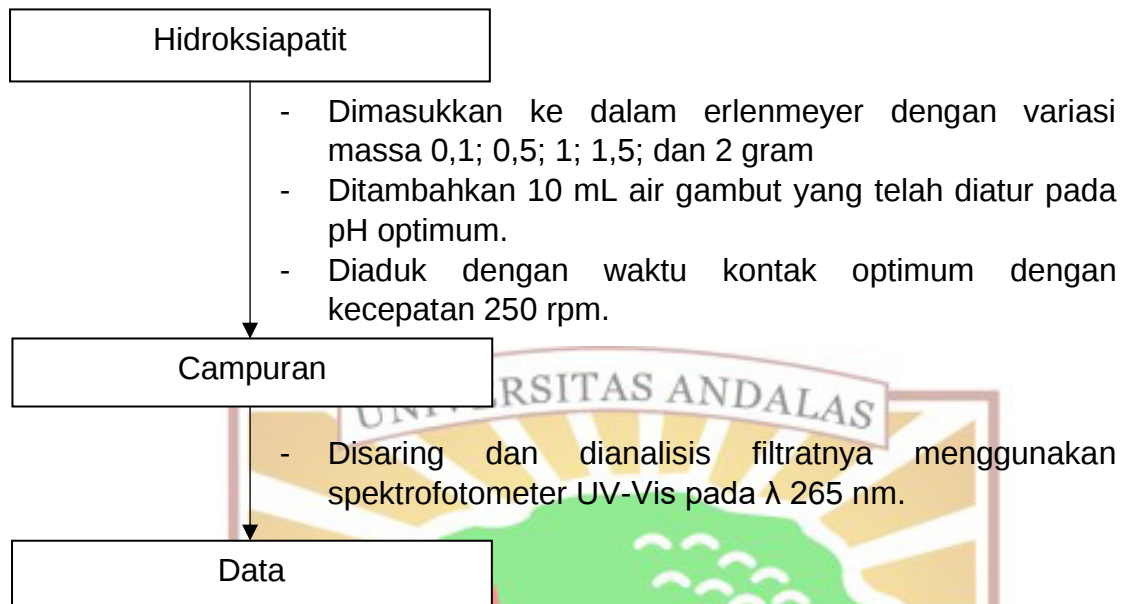
1.4 Skema Kerja Pengaruh pH Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut



1.5 Skema Kerja Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penjernihan Air Gambut



1.6 Skema Kerja Pengaruh Massa Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut



Lampiran 2. Perhitungan

2.1 Pembuatan Reagen

2.1.1 Pembuatan Larutan Asam Nitrat (HNO₃) 1M

$$\% \text{HNO}_3 = 65\%$$

$$\rho = 1,39 \text{ Kg/L}$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63,01 \text{ g/mol}$$

Perhitungan :

$$M \text{ HNO}_3 (\text{pa}) = \frac{65\text{ml}}{100\text{ml}} \times \frac{1 \text{ mol}}{63,01\text{g}} \times \frac{1,39 \text{ g}}{\text{cm}^3} \times \frac{1 \text{ cm}^3}{1 \text{ ml}} \times \frac{1000 \text{ ml}}{1\text{L}} = 14,34 \text{ M}$$

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ml} \times 1\text{M}}{14,34 \text{ M}} = 6,97 \text{ mL}$$

2.1.2 Pembuatan Larutan Asam Nitrat (HNO₃) 0,1M

$$\% \text{HNO}_3 = 65\%$$

$$\rho = 1,39 \text{ Kg/L}$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63,01 \text{ g/mol}$$

Perhitungan :

$$M \text{ HNO}_3 (\text{pa}) = \frac{65\text{ml}}{100\text{ml}} \times \frac{1 \text{ mol}}{63,01\text{g}} \times \frac{1,39 \text{ g}}{\text{cm}^3} \times \frac{1 \text{ cm}^3}{1 \text{ ml}} \times \frac{1000 \text{ ml}}{1\text{L}} = 14,34 \text{ M}$$

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ ml} \times 0,1\text{M}}{14,34 \text{ M}} = 0,69 \text{ mL}$$

2.1.3 Pembuatan Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,1M

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Volume} = 250 \text{ mL}$$

$$\text{Perhitungan} = \frac{0,1 \text{ mol}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g}}{\text{mol}} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \times 250 \text{ mL} = 1 \text{ gram}$$

2.1.4 Pembuatan Larutan Kalium Klorida (KCl) 0,1M

$$\text{Mr KCl} = 74,5513 \text{ g/mol}$$

$$\text{Volume} = 100 \text{ mL}$$

$$\text{Perhitungan} = \frac{0,1 \text{ mol}}{\text{L}} \times \frac{74,5513 \text{ g}}{\text{mol}} \times \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} \times 100 \text{ mL} = 0,7455 \text{ gram}$$

2.2 Perhitungan Lol (Loss on Ignition)

$$\% \text{ Lol} = \frac{W_{awal} - W_{akhir}}{W_{awal}} \times 100\%$$

2.2.1 Kalsinasi 900°C

- $\% \text{ Lol} = \frac{35 \text{ g} - 19,5032 \text{ g}}{35 \text{ g}} \times 100\% = 44,28\%$
- $\% \text{ Lol} = \frac{35 \text{ g} - 19,4526 \text{ g}}{35 \text{ g}} \times 100\% = 44,42\%$
- $\% \text{ Lol} = \frac{35 \text{ g} - 19,4821 \text{ g}}{35 \text{ g}} \times 100\% = 44,34\%$

$$\text{Rata-rata Lol} = \frac{44,28\% + 44,42\% + 44,34\%}{3} = 44,35\%$$

2.2.2 Kalsinasi 1000°C

- $\% \text{ Lol} = \frac{35 \text{ g} - 19,1155 \text{ g}}{35 \text{ g}} \times 100\% = 45,38\%$
- $\% \text{ Lol} = \frac{35 \text{ g} - 19,1478 \text{ g}}{35 \text{ g}} \times 100\% = 45,29\%$
- $\% \text{ Lol} = \frac{35 \text{ g} - 19,1371 \text{ g}}{35 \text{ g}} \times 100\% = 45,32\%$

$$\text{Rata-rata Lol} = \frac{45,38\% + 45,29\% + 45,32\%}{3} = 45,33\%$$

2.3 Perhitungan Sintesis HAp 900

Kandungan CaO dalam PCC setelah dikalsinasi suhu 900°C = 96,198%

Mr CaO = 56 g/mol

Hidroksiapatit → Ca/P = 1,67 (10:6)

Mr KH₂PO₄ = 136 g/mol

$$\text{Untuk 15 gram sampel} = \frac{96,198 \text{ CaO}}{100 \text{ g sampel}} \times 15 \text{ g sampel} = 14,4297 \text{ g CaO}$$

$$\text{Mol CaO} = \frac{1 \text{ mol}}{56 \text{ g}} \times 14,43 \text{ g} = 0,2577 \text{ mol}$$

$$\text{Mol KH}_2\text{PO}_4 = \frac{6}{10} \times 0,2577 \text{ mol} = 0,1546 \text{ mol}$$

$$\text{Massa KH}_2\text{PO}_4 = \frac{136 \text{ g}}{\text{mol}} \times 0,1546 \text{ mol} = 21,0256 \text{ g}$$

2.4 Perhitungan Sintesis HAp 1000

Kandungan CaO dalam PCC setelah dikalsinasi suhu 1000°C = 96,124%

Mr CaO = 56 g/mol

Hidroksiapatit $\rightarrow$ Ca/P = 1,67 (10:6)

Mr KH₂PO₄ = 136 g/mol

Untuk 15 gram sampel = $\frac{96,124 \text{ g CaO}}{100 \text{ g sampel}} \times 15 \text{ g sampel} = 14,4186 \text{ g CaO}$

Mol CaO = $\frac{1 \text{ mol}}{56 \text{ g}} \times 14,42 \text{ g} = 0,2575 \text{ mol}$

Mol KH₂PO₄ = $\frac{6}{10} \times 0,2575 \text{ mol} = 0,1545 \text{ mol}$

Massa KH₂PO₄ = $\frac{136 \text{ g}}{\text{mol}} \times 0,1545 \text{ mol} = 21,0120 \text{ g}$

2.5 Perhitungan Persentase Penurunan Absorban setelah Penjernihan

Rumus : %Penurunan A = $\frac{\text{Aair gambut} - \text{Asampel}}{\text{A air gambut}} \times 100\%$

a) Pengaruh Variasi pH

- HAp 900

pH 2 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,228}{0,610} \times 100\% = 62,62\%$

pH 2 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,204}{0,610} \times 100\% = 66,55\%$

pH 3 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,255}{0,610} \times 100\% = 58,19\%$

pH 3 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,278}{0,610} \times 100\% = 54,42\%$

pH 4 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,234}{0,610} \times 100\% = 61,63\%$

pH 4 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,241}{0,610} \times 100\% = 60,49\%$

pH 5 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,282}{0,610} \times 100\% = 53,77\%$

pH 5 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,287}{0,610} \times 100\% = 52,95\%$

pH 6 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,301}{0,610} \times 100\% = 50,65\%$

pH 6 : %Penurunan A = $\frac{0,610 - 0,307}{0,610} \times 100\% = 49,67\%$

$$\text{pH 7 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,374}{0,610} \times 100\% = 38,68\%$$

$$\text{pH 7 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,395}{0,610} \times 100\% = 35,24\%$$

- **HAp 1000**

$$\text{pH 2 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,184}{0,610} \times 100\% = 69,83\%$$

$$\text{pH 2 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,178}{0,610} \times 100\% = 70,81\%$$

$$\text{pH 3 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,222}{0,610} \times 100\% = 63,60\%$$

$$\text{pH 3 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,245}{0,610} \times 100\% = 59,83\%$$

$$\text{pH 4 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,198}{0,610} \times 100\% = 67,54\%$$

$$\text{pH 4 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,201}{0,610} \times 100\% = 66,83\%$$

$$\text{pH 5 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,253}{0,610} \times 100\% = 58,52\%$$

$$\text{pH 5 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,264}{0,610} \times 100\% = 56,72\%$$

$$\text{pH 6 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,275}{0,610} \times 100\% = 54,91\%$$

$$\text{pH 6 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,287}{0,610} \times 100\% = 52,95\%$$

$$\text{pH 7 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,318}{0,610} \times 100\% = 47,86\%$$

$$\text{pH 7 : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,327}{0,610} \times 100\% = 46,39\%$$

b) Pengaruh Variasi Waktu Kontak

- **HAp 900**

$$0,5 \text{ jam : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,265}{0,610} \times 100\% = 56,55\%$$

$$0,5 \text{ jam : \%Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,273}{0,610} \times 100\% = 55,24\%$$

$$1 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,201}{0,610} \times 100\% = 66,55\%$$

$$1 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,215}{0,610} \times 100\% = 64,75\%$$

$$1,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,273}{0,610} \times 100\% = 55,24\%$$

$$1,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,215}{0,610} \times 100\% = 64,75\%$$

$$2 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,266}{0,610} \times 100\% = 56,39\%$$

$$2 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,207}{0,610} \times 100\% = 66,06\%$$

$$2,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,208}{0,610} \times 100\% = 65,90\%$$

$$2,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,198}{0,610} \times 100\% = 67,54\%$$

• **HAp 1000**

$$0,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,248}{0,610} \times 100\% = 59,34\%$$

$$0,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,249}{0,610} \times 100\% = 59,18\%$$

$$1 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,186}{0,610} \times 100\% = 69,50\%$$

$$1 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,178}{0,610} \times 100\% = 70,81\%$$

$$1,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,205}{0,610} \times 100\% = 66,39\%$$

$$1,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,202}{0,610} \times 100\% = 66,88\%$$

$$2 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,207}{0,610} \times 100\% = 66,06\%$$

$$2 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,205}{0,610} \times 100\% = 66,39\%$$

$$2,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,181}{0,610} \times 100\% = 70,32\%$$

$$2,5 \text{ jam} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,176}{0,610} \times 100\% = 71,14\%$$

c) Pengaruh Variasi Massa

• **HAp 900**

$$0,1 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,308}{0,610} \times 100\% = 49,50\%$$

$$0,1 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,322}{0,610} \times 100\% = 47,21\%$$

$$0,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,282}{0,610} \times 100\% = 53,77\%$$

$$0,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,242}{0,610} \times 100\% = 60,32\%$$

$$1,0 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,244}{0,610} \times 100\% = 60,00\%$$

$$1,0 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,217}{0,610} \times 100\% = 64,42\%$$

$$1,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,209}{0,610} \times 100\% = 65,73\%$$

$$1,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,214}{0,610} \times 100\% = 64,91\%$$

$$2 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,197}{0,610} \times 100\% = 67,70\%$$

$$2 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,192}{0,610} \times 100\% = 68,52\%$$

• **HAp 1000**

$$0,1 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,249}{0,610} \times 100\% = 59,18\%$$

$$0,1 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,269}{0,610} \times 100\% = 55,90\%$$

$$0,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,166}{0,610} \times 100\% = 72,78\%$$

$$0,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,187}{0,610} \times 100\% = 69,34\%$$

$$1,0 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,129}{0,610} \times 100\% = 78,85\%$$

$$1,0 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,125}{0,610} \times 100\% = 79,50\%$$

$$1,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,123}{0,610} \times 100\% = 79,83\%$$

$$1,5 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,124}{0,610} \times 100\% = 79,67\%$$

$$2 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,122}{0,610} \times 100\% = 80,00\%$$

$$2 \text{ g} : \% \text{Penurunan A} = \frac{0,610 - 0,123}{0,610} \times 100\% = 79,50\%$$

2.6 Persamaan Debye Scherrer (Aplikasi Origin Pro 8.5)

Persamaan Debye Scherrer:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \Theta}$$

Keterangan:

D = Ukuran kristal (nm)

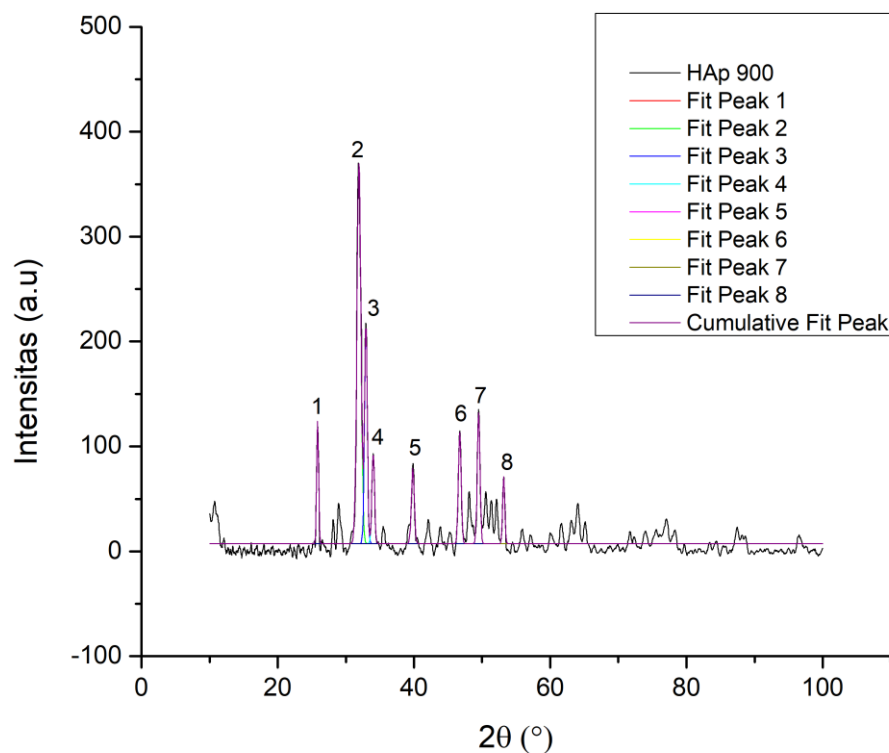
K = Faktor bentuk kristal (0,9-1)

λ = Panjang gelombang sinar-X (0,15406 nm)

β = Nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

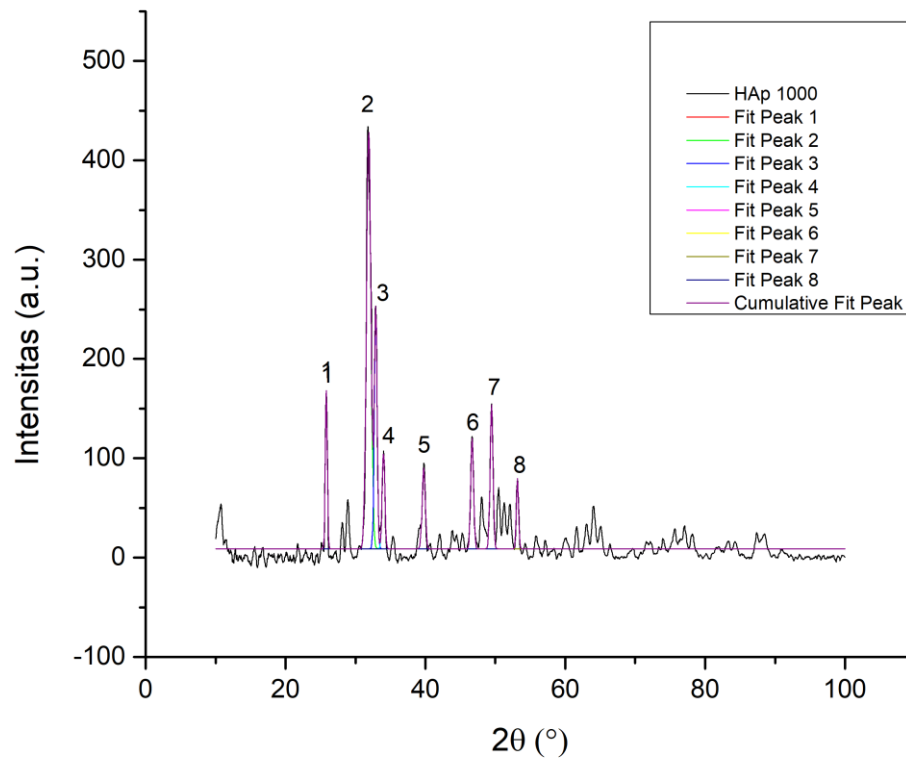
Θ = Sudut difraksi

1. HAp 900



	Posisi Puncak 2θ (°)	FWHM	Ukuran Kristal (nm)
puncak 1	25.84932	0.32856	24.80761235
puncak 2	31.90944	0.69126	11.95291146
puncak 3	32.93425	0.49292	16.80613687
puncak 4	34.01272	0.44899	18.50277181
puncak 5	39.82836	0.50633	16.68780999
puncak 6	46.72023	0.471	18.37286332
puncak 7	49.48574	0.47241	18.51640706
puncak 8	53.16806	0.36205	24.53654719
Rata-rata			18.77288251

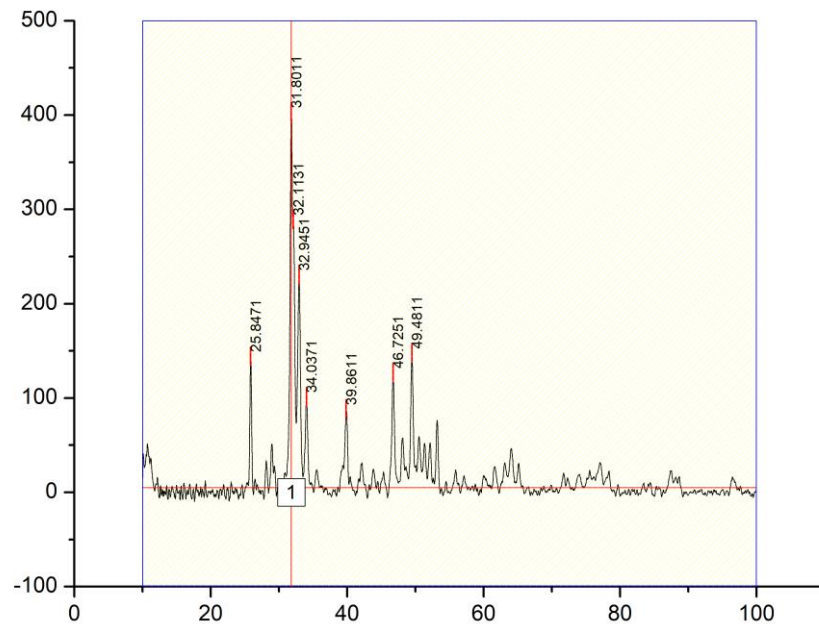
2. HAp 1000



	Posisi Puncak 2θ (°)	FWHM	Ukuran Kristal (nm)
Puncak 1	25.82479	0.33064	24.65034151
Puncak 2	31.87917	0.74937	11.02518906
Puncak 3	32.88395	0.47261	17.52609355
Puncak 4	34.00221	0.44762	18.55888145
Puncak 5	39.75412	0.52013	16.24124337
Puncak 6	46.67618	0.47652	18.15701908
Puncak 7	49.45435	0.48639	17.98193229
Puncak 8	53.15889	0.37166	23.90114948
Rata-rata			18.77288251

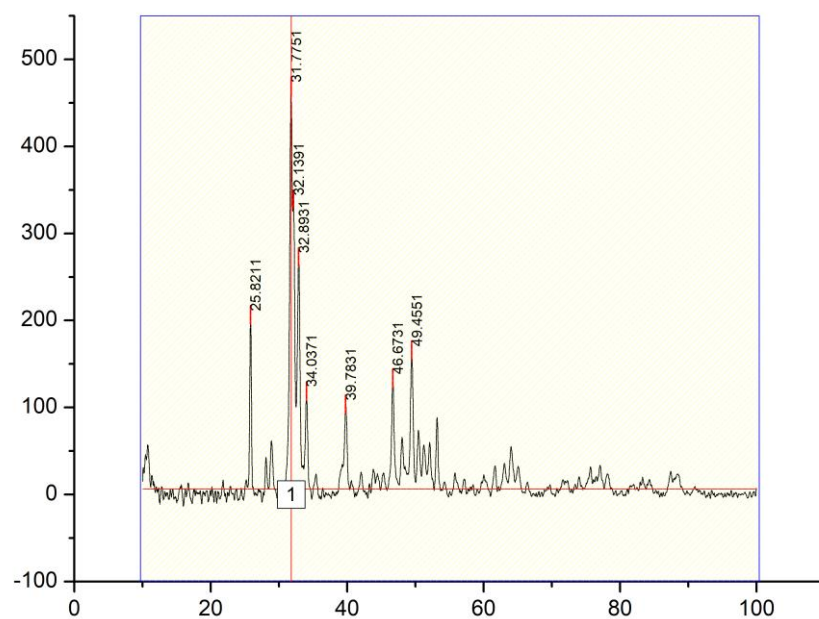
2.7 Perhitungan %Kristalinitas (Aplikasi Origin Pro 8.5)

1. HAp 900



$$\begin{aligned} \% \text{Kristalinitas} &= \frac{\text{area puncak kristal}}{\text{area semua puncak (kristal+amorf)}} \times 100\% \\ &= \frac{776,54112}{854,00065} \times 100\% = 90,93\% \end{aligned}$$

2. HAp 1000



$$\begin{aligned} \% \text{Kristalinitas} &= \frac{\text{area puncak kristal}}{\text{area semua puncak (kristal+amorf)}} \times 100\% \\ &= \frac{888,60259}{989,06077} \times 100\% = 89,84\% \end{aligned}$$

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi

3.1 Hasil Karakterisasi XRF

3.1.1 Tabel Data XRF PCC setelah Kalsinasi 900°C

Oxida	%Massa	Unsur	%Massa
Al ₂ O ₃	0.587	Al	0.352
SiO ₂	0.584	Si	0.312
SO ₃	1.609	S	0.759
CaO	96.198	Cl	0.132
TiO ₂	0.008	Ca	97.361
MnO	0.022	Ti	0.008
Fe ₂ O ₃	0.101	Mn	0.027
CuO	0.003	Fe	0.109
ZnO	0.003	Cu	0.004
SrO	0.048	Zn	0.004
ZrO ₂	0.001	Sr	0.063
Ag ₂ O	0.644	Zr	0.001
CdO	0.064	Ag	0.76
BaO	0.021	Cd	0.078
Sm ₂ O ₃	0	Ba	0.03
Eu ₂ O ₃	0	Sm	0
Cl	0.106	Eu	0
Re	0	Re	0

3.1.2 Tabel Data XRF PCC setelah Kalsinasi 1000°C

Oxida	%Massa	Unsur	%Massa
Al ₂ O ₃	0.447	Al	0.276
SiO ₂	0.376	Si	0.206
P ₂ O ₅	0.843	P	0.433
SO ₃	1.169	S	0.562
CaO	96.124	Cl	0.15
TiO ₂	0.014	Ca	97.289
V ₂ O ₅	0.009	Ti	0.013
MnO	0.024	V	0.007
Fe ₂ O ₃	0.108	Mn	0.029

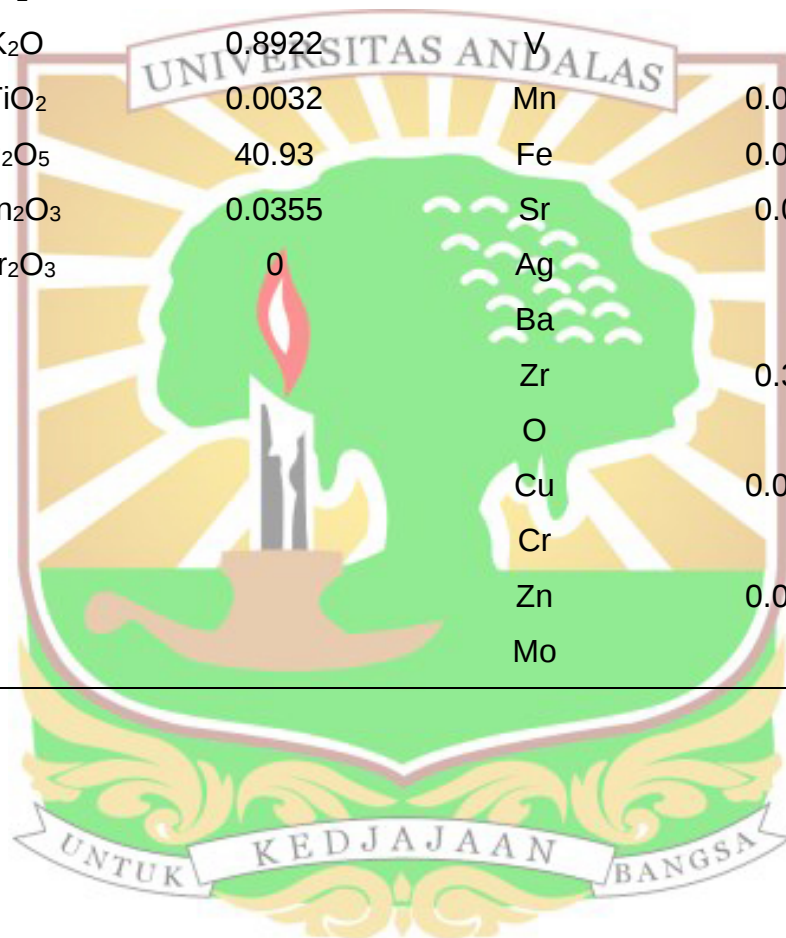
ZnO	0.004	Fe	0.117
SrO	0.055	Zn	0.005
ZrO ₂	0.001	Sr	0.072
Ag ₂ O	0.666	Zr	0.001
CdO	0.039	Ag	0.789
Sm ₂ O ₃	0	Cd	0.047
Eu ₂ O ₃	0	Sm	0
Cl	0.121	Eu	0
Re	0	Re	0

3.1.3 Tabel Data XRF Hasil Sintesis HAp 900°C

Oxida	%Massa	Unsur	%Massa
SiO ₂	0.411	Mg	0.385
Al ₂ O ₃	0.325	Al	0.4
Fe ₂ O ₃	0.12	Si	0.68
CaO	55.38	P	38.62
MgO	0.45	Cl	0.0165
SO ₃	0.18	Ca	59.38
Na ₂ O	0	Ti	0.0043
K ₂ O	2.3909	V	0
TiO ₂	0.0025	Mn	0.0245
P ₂ O ₅	40.72	Fe	0.08
Mn ₂ O ₃	0.0333	Sr	0.0491
Cr ₂ O ₃	0	Ag	0.0019
		Ba	0
		Zr	0.36
		O	0
		Cu	0.0033
		Cr	0
		Zn	0.0035
		Mo	0

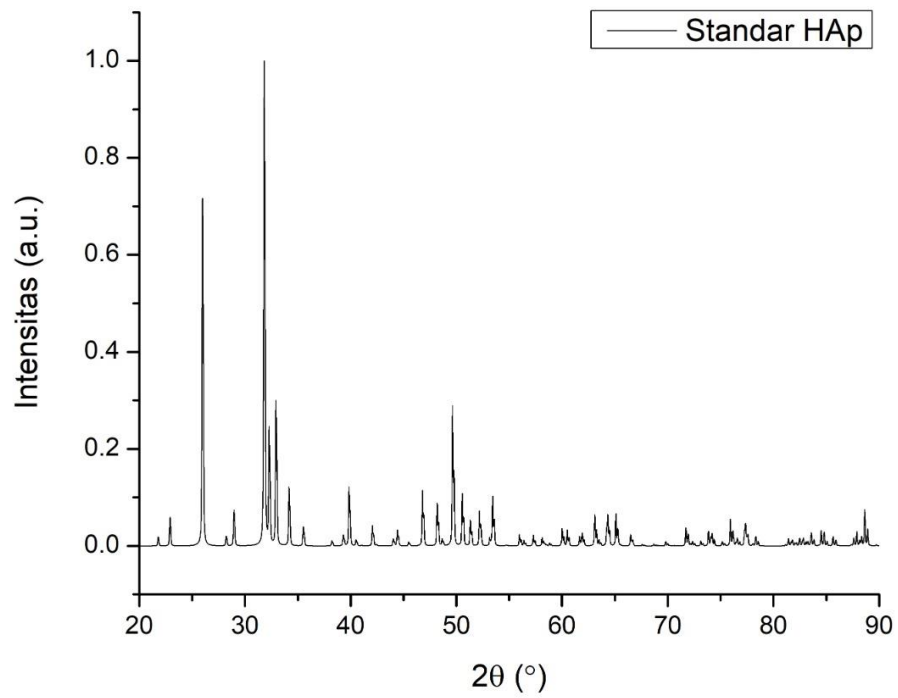
3.1.4 Tabel Data XRF Hasil Sintesis HAp 1000°C

Oxida	%Massa	Unsur	%Massa
SiO ₂	0.412	Mg	0.379
Al ₂ O ₃	0.286	Al	0.38
Fe ₂ O ₃	0.111	Si	0.68
CaO	56.37	P	38.93
MgO	0.46	Cl	0.0188
SO ₃	0.24	Ca	59.12
Na ₂ O	0.3092	Ti	0.0037
K ₂ O	0.8922	V	0
TiO ₂	0.0032	Mn	0.0244
P ₂ O ₅	40.93	Fe	0.0244
Mn ₂ O ₃	0.0355	Sr	0.047
Cr ₂ O ₃	0	Ag	0
		Ba	0
		Zr	0.342
		O	0
		Cu	0.0029
		Cr	0
		Zn	0.0027
		Mo	0

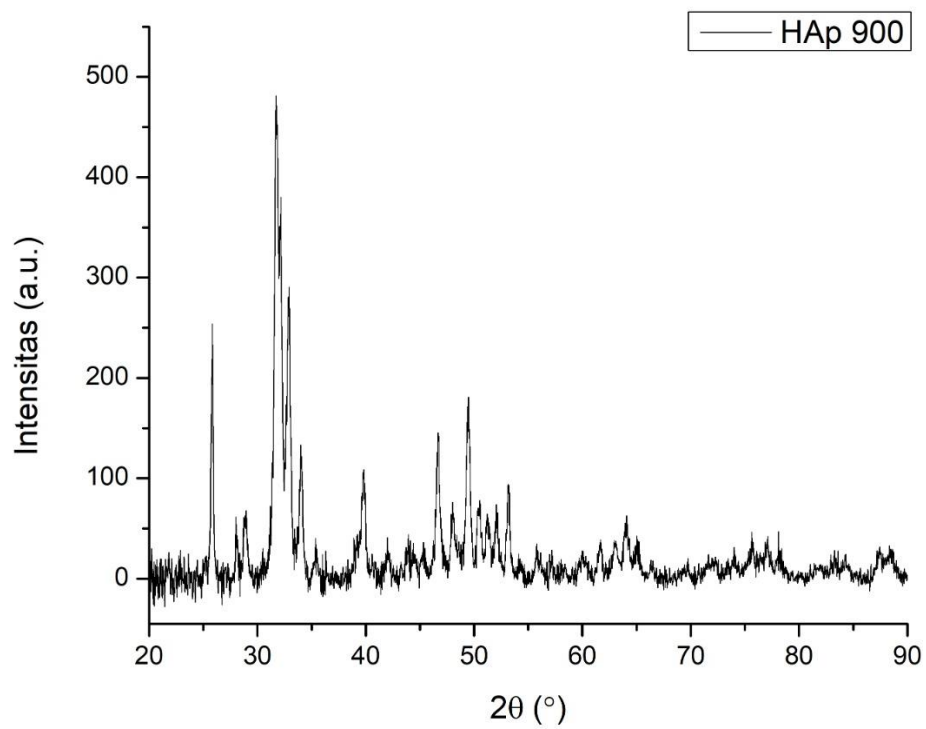


3.2 Hasil Karakterisasi XRD

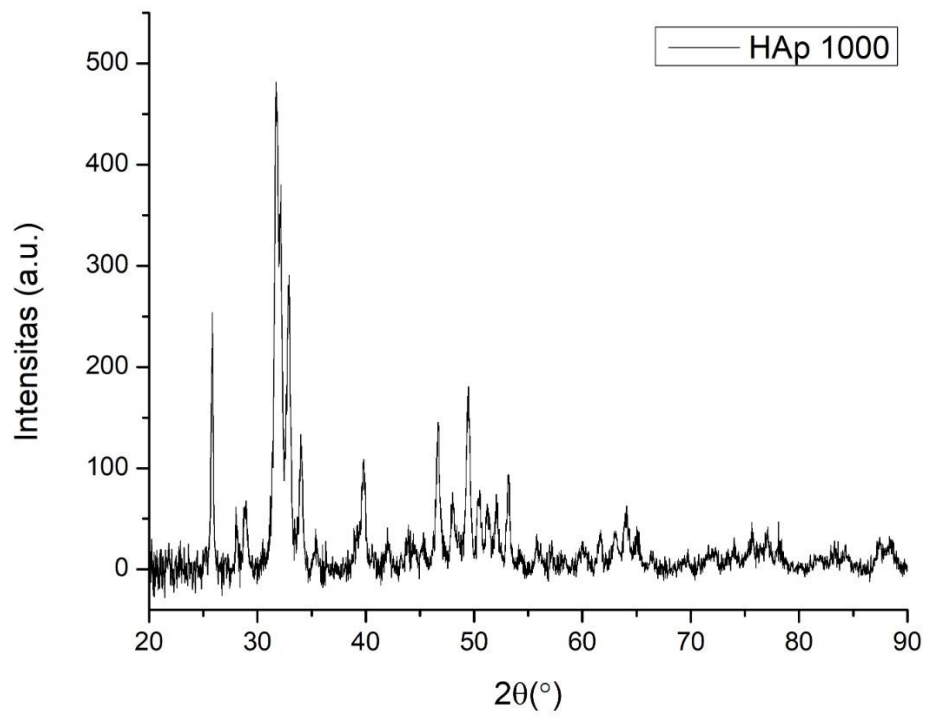
3.2.1 Pola XRD HAp Standar (ICSD-157481)



3.2.2 Pola XRD HAp 900

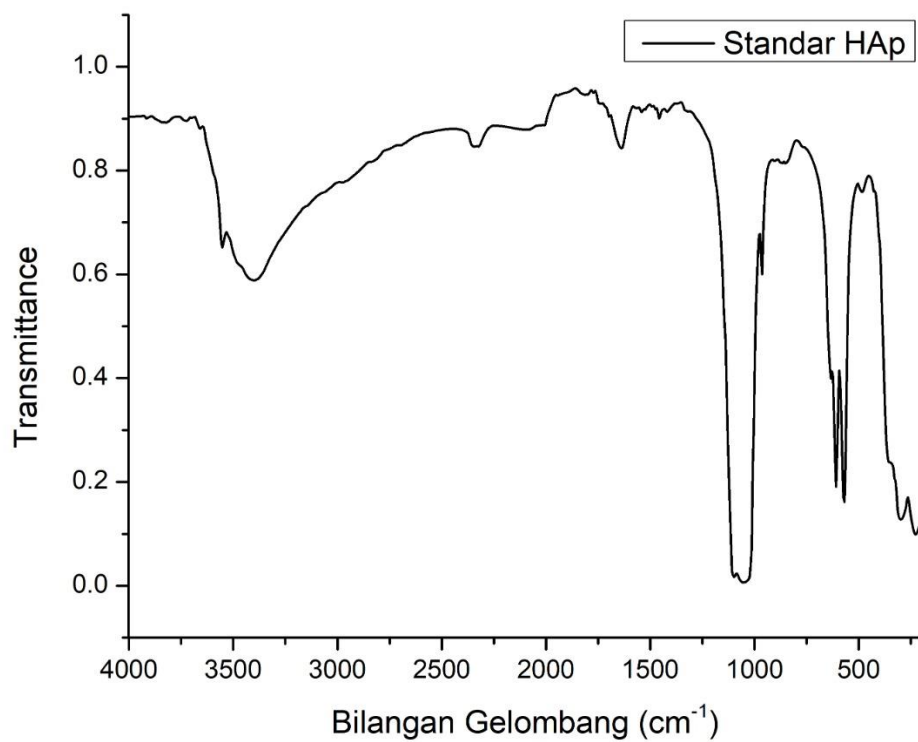


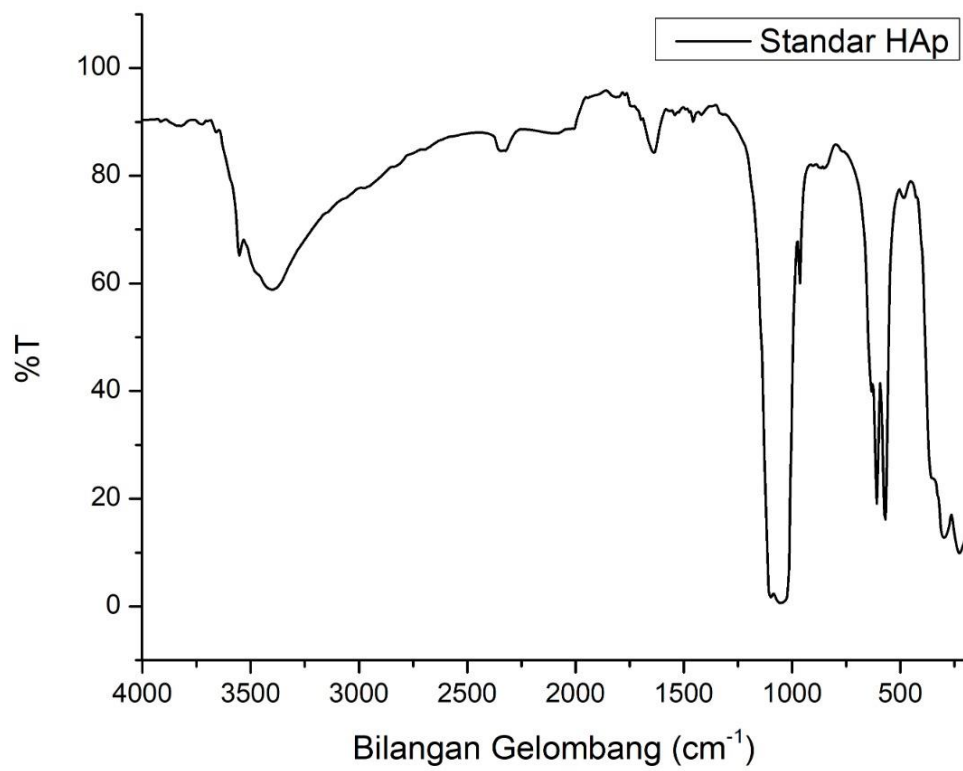
3.2.3 Pola XRD HAp 1000



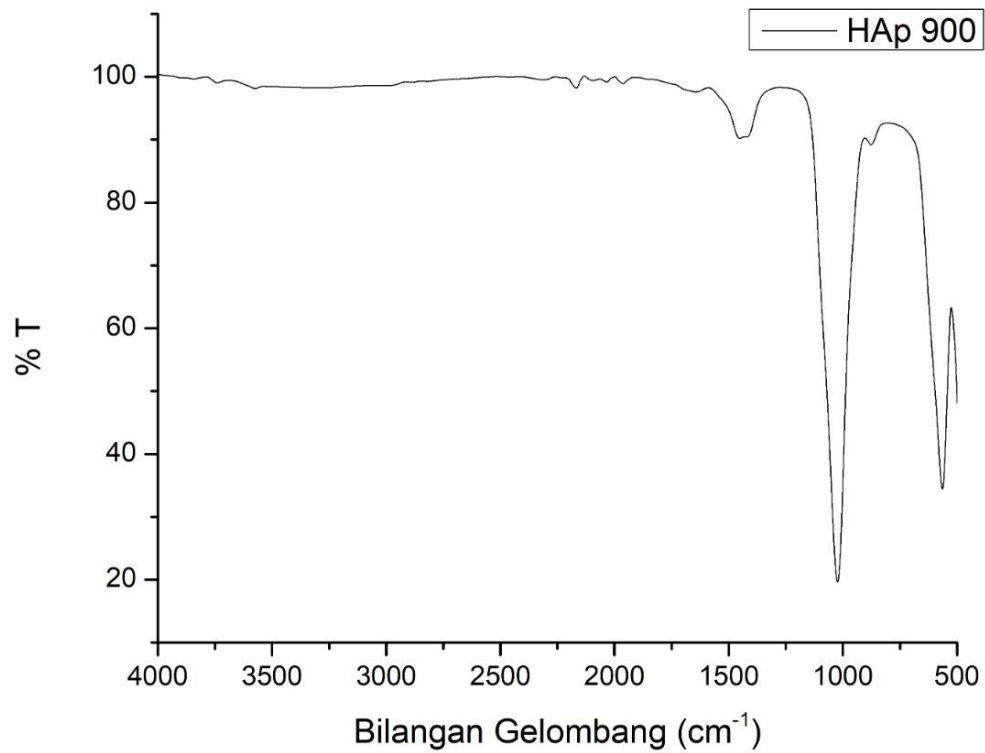
3.3 Hasil Karakterisasi FTIR

3.3.1 Spektrum FTIR HAp Standar (COBLENTZ NO, 9792)

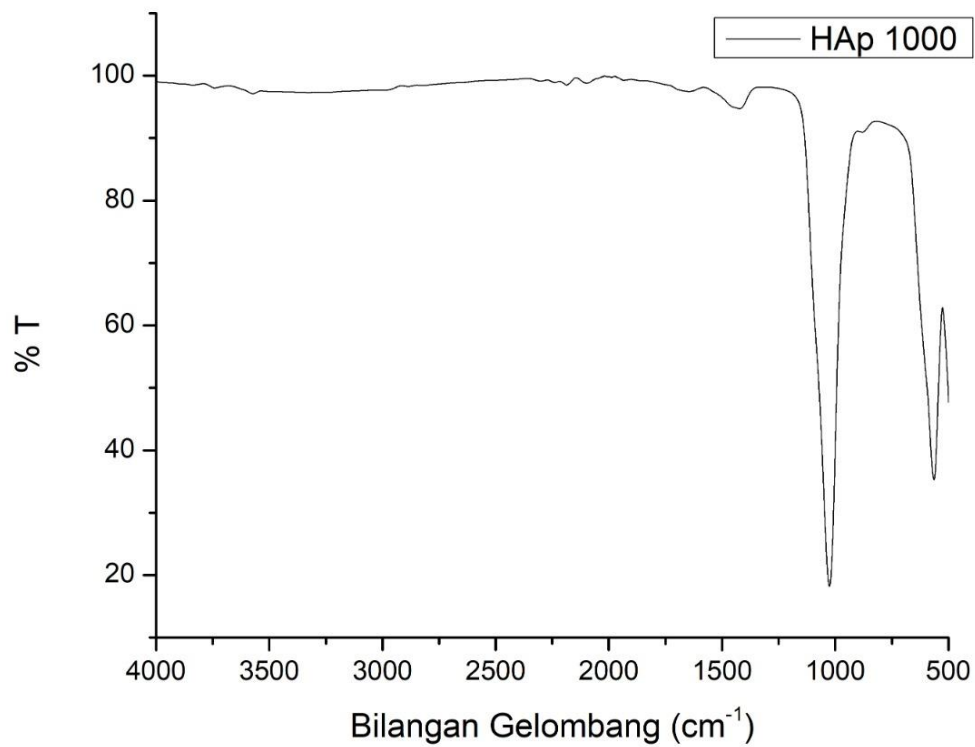




3.3.2 Spektrum FTIR HAp 900

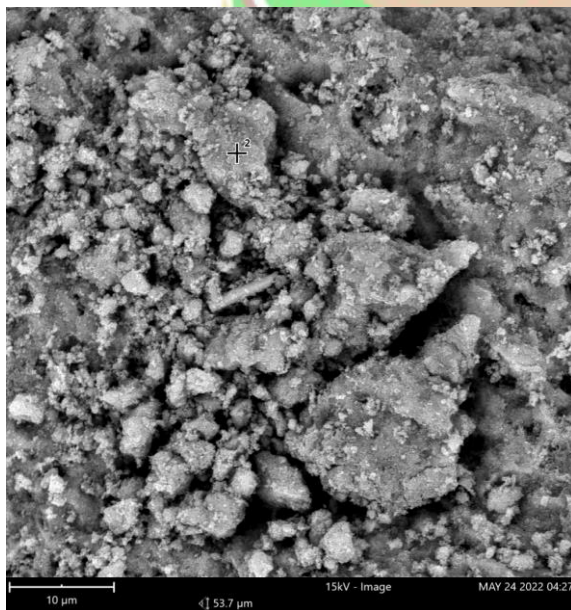


3.3.3 Spektrum FTIR HAp 1000



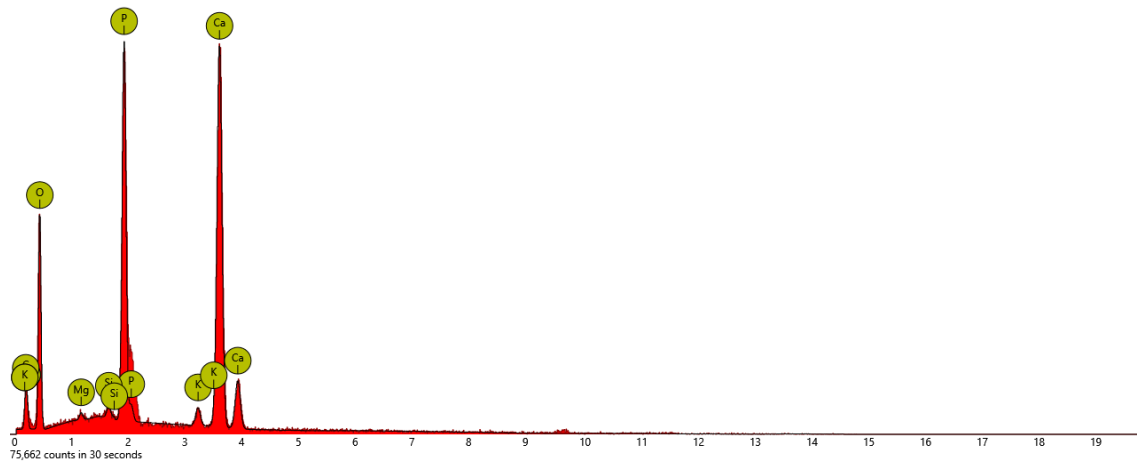
3.4 Hasil Karakterisasi SEM-EDX

3.4.1 HAp 900



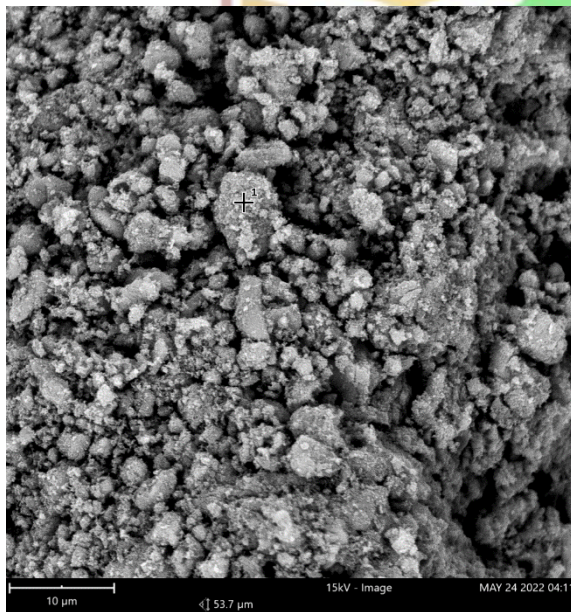
Element Number	Element Symbol	Element Name	Conc.
8	O	Oxygen	50.40
20	Ca	Calcium	18.08
15	P	Phosphorus	11.47
6	C	Carbon	18.73
19	K	Potassium	0.73
14	Si	Silicon	0.30
12	Mg	Magnesium	0.29

FOV: 53.7 μm , Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: MAY 24 2022 04:27



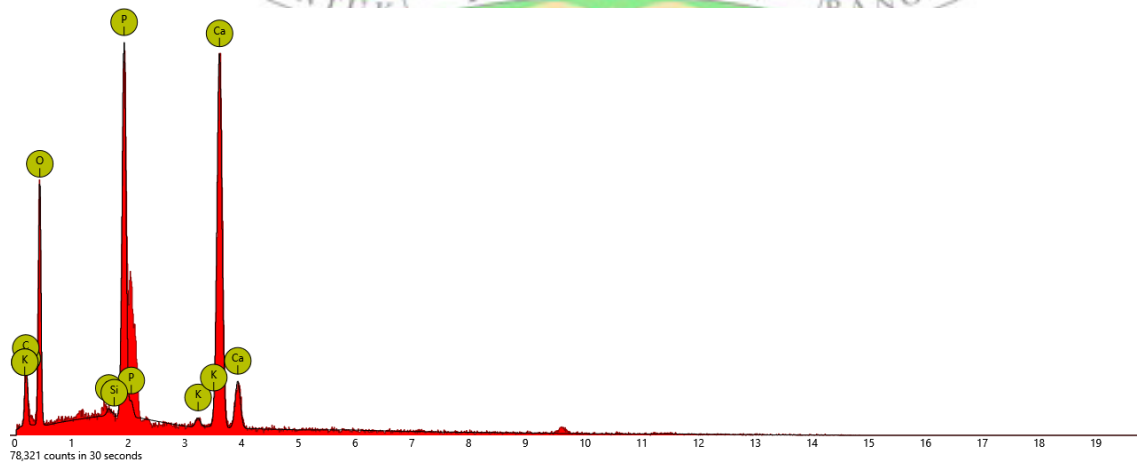
Disabled elements: Au, Hg, Nb, Pt, Te

3.4.2 HAp 1000



Element Number	Element Symbol	Element Name	Conc.
8	O	Oxygen	50.31
20	Ca	Calcium	16.14
15	P	Phosphorus	10.31
6	C	Carbon	22.75
19	K	Potassium	0.33
14	Si	Silicon	0.16

FOV: 53.7 μm, Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: MAY 24 2022 04:11



Disabled elements: Au, Nb, Pt, Te

Lampiran 4. Hasil Spektrofotometer UV-Vis terhadap Penjernihan Air Gambut

1. Pengaruh pH terhadap Penjernihan Air Gambut

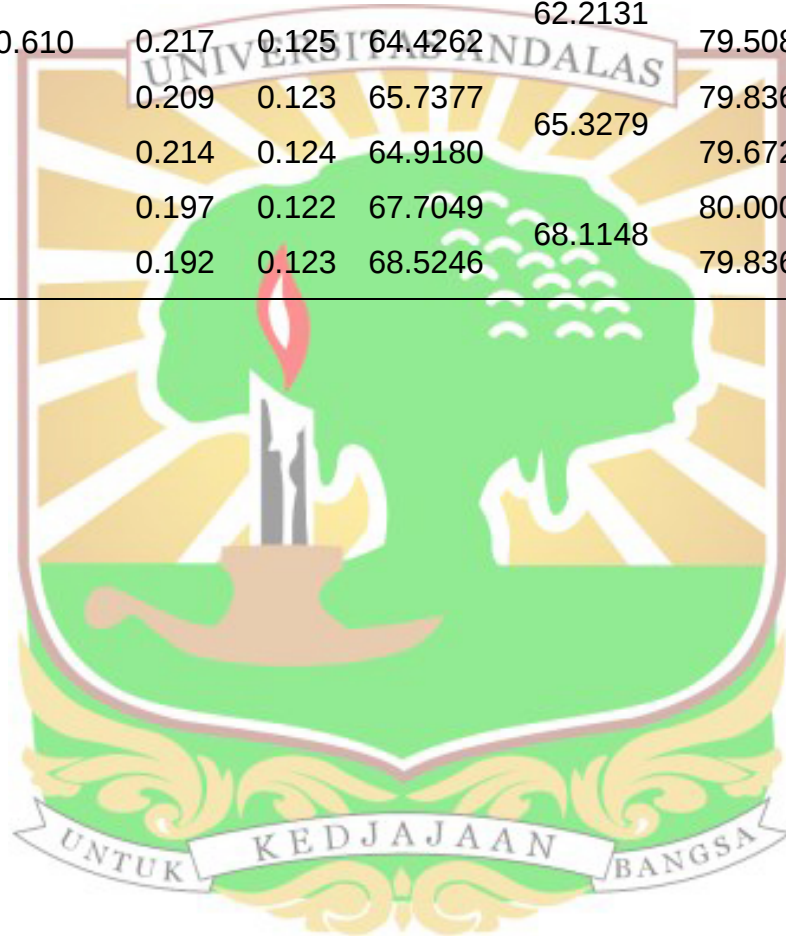
Absorban (λ : 265 nm)				Penurunan Absorban (%)			
pH	Sebelum Penjernihan	HAp 900	HAp 1000	HAp 900	Rata-Rata HAp 900	HAp 1000	Rata-Rata HAp 1000
2	$\lambda = 0.610$	0.228	0.184	62.6230	64.5902	69.8361	70.3279
		0.204	0.178	66.5574		70.8197	
3		0.255	0.222	58.1967	56.3115	63.6066	61.7213
		0.278	0.245	54.4262		59.8361	
4		0.234	0.198	61.6393	61.0656	67.5410	67.2951
		0.241	0.201	60.4918		67.0492	
5		0.282	0.253	53.7705	53.3607	58.5246	57.6230
		0.287	0.264	52.9508		56.7213	
6		0.301	0.275	50.6557	50.1639	54.9180	53.9344
		0.307	0.287	49.6721		52.9508	
7		0.374	0.318	38.6885	36.9672	47.8688	47.1311
		0.395	0.327	35.2459		46.3934	

2. Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penjernihan Air Gambut

waktu (Jam)	Absorban (λ : 265 nm)			Penurunan Absorban (%)			
	Sebelum	HAp	HAp	HAp	Rata-Rata	HAp	Rata-Rata
	Penjernihan	900	1000	900	HAp 900	1000	HAp 1000
0.5	$\lambda = 0.610$	0.265	0.248	56.5574	55.9016	59.3443	59.2623
		0.273	0.249	55.2459		59.1803	
1		0.201	0.186	67.0492	65.9016	69.5082	70.1639
		0.215	0.178	64.7541		70.8197	
1.5		0.273	0.205	55.2459	60.0000	66.3934	66.6393
		0.215	0.202	64.7541		66.8852	
2		0.266	0.207	56.3934	61.2295	66.0656	66.2295
		0.207	0.205	66.0656		66.3934	
2.5		0.208	0.181	65.9016	66.7213	70.3279	70.7377
		0.198	0.176	67.5410		71.1475	

3. Pengaruh Massa terhadap Penjernihan Air Gambut

Massa (gram)	Absorban (λ : 265 nm)			Penurunan Absorban (%)			
	Sebelum	HAp	HAp	HAp	Rata-Rata	HAp	Rata-Rata
	Penjernihan	900	1000	900	HAp 900	1000	HAp 1000
0.1	$\lambda = 0.610$	0.308	0.249	49.5082	48.3607	59.1803	57.5410
		0.322	0.269	47.2131		55.9016	
0.5		0.282	0.166	53.7705	57.0492	72.7869	71.0656
		0.242	0.187	60.3279		69.3443	
1		0.244	0.129	60.0000	62.2131	78.8525	79.1803
		0.217	0.125	64.4262		79.5082	
1.5		0.209	0.123	65.7377	65.3279	79.8361	79.7541
		0.214	0.124	64.9180		79.6721	
2		0.197	0.122	67.7049	68.1148	80.0000	79.9180
		0.192	0.123	68.5246		79.8361	



Lampiran 5. Uji One Way Anova

5.1 Variasi pH

- **HAp 900**

Anova:

Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
2	2	129.1804	64.5902	7.739752
3	2	112.6229	56.31145	7.108335
4	2	122.1311	61.06555	0.658378
5	2	106.7213	53.36065	0.335954
6	2	100.3278	50.1639	0.483734

ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	269.0854	4	67.27135	20.60233	0.002627	5.192168
Within Groups	16.32615	5	3.265231			
Total	285.4116	9				

- **HAp 1000**

Anova: Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
2	2	140.6558	70.3279	0.483734
3	2	123.4427	61.72135	7.108335
4	2	134.5902	67.2951	0.120934
5	2	115.2459	57.62295	1.625945
6	2	107.8688	53.9344	1.934938

ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	363.039	4	90.75975	40.2522	0.000539	5.192168
Within Groups	11.27389	5	2.254777			
Total	374.3129	9				

5.2 Variasi Waktu Kontak (Data waktu 1 jam dan 2.5 jam)

- HAp 900**

Anova:

Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
1	2	131.8033	65.90165	2.633742
2.5	2	133.4426	66.7213	1.343816

ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	0.671826	1	0.671826	0.337808	0.619871	18.51282
Within Groups	3.977558	2	1.988779			
Total	4.649384	3				

- HAp 1000**

Anova:

Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
1	2	140.3279	70.16395	0.860016
2.5	2	141.4754	70.7377	0.335872

ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	0.329189	1	0.329189	0.550535	0.535403	18.51282
Within Groups	1.195888	2	0.597944			
Total	1.525077	3				

5.3 Variasi Massa (Data massa 1g; 1.5g; dan 2g)

- HAp 900**

Anova:

Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
1	2	124.4262	62.2131	9.795623
1.5	2	130.6557	65.32785	0.335954
2	2	136.2295	68.11475	0.335954

ANOVA

Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	34.8653	2	17.43265	4.996207	0.110955	9.552094
Within Groups	10.46753	3	3.489177			
Total	45.33283	5				

- HAp 1000**

Anova:

Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
1	2	158.3607	79.18035	0.214971
1.5	2	159.5082	79.7541	0.013448
2	2	159.8361	79.91805	0.013432

ANOVA

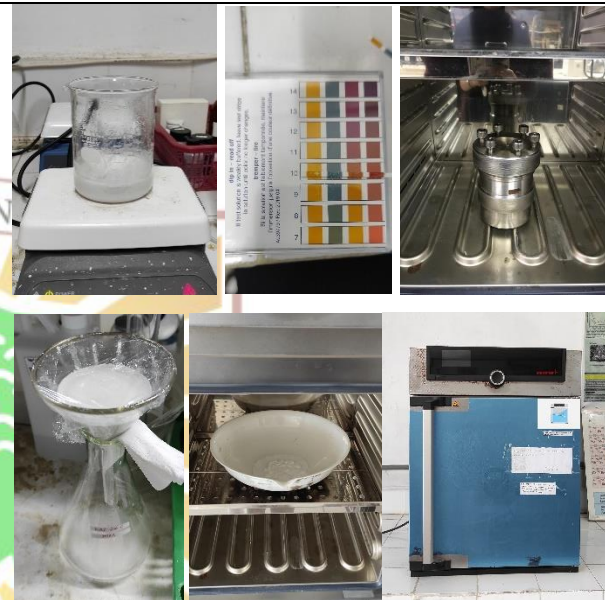
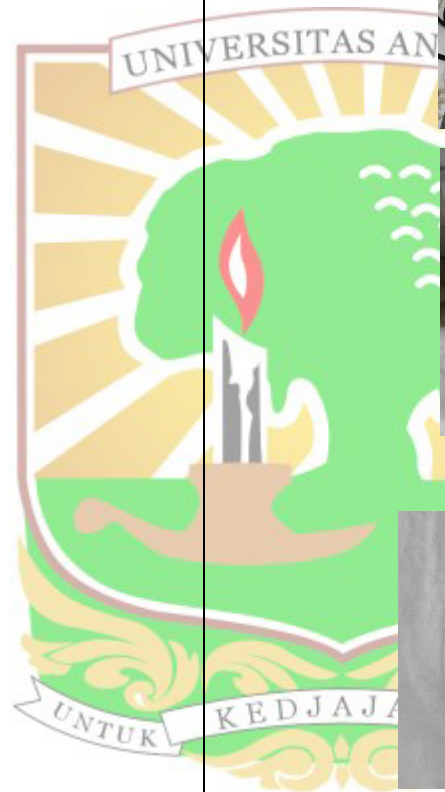
<i>Source of Variation</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Between Groups	0.60018	2	0.30009	3.722418	0.153932	9.552094
Within Groups	0.241851	3	0.080617			
Total	0.842031	5				



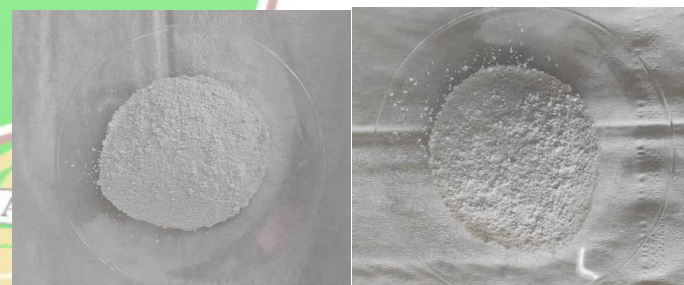
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian

No	Keterangan	Foto
1	(a) Peta daerah pengambilan air gambut di Salareh Aia kecamatan palembayan, kabupaten Agam, provinsi Sumatera Barat. (b) Sampel Air Gambut	 (a)  (b)
2	(a) Pengayakan PCC, dan pemanasan PCC dengan oven (b) Proses Kalsinasi PCC untuk menghasilkan CaO menggunakan <i>furnace</i> (c) Hasil Kalsinasi	 (a)

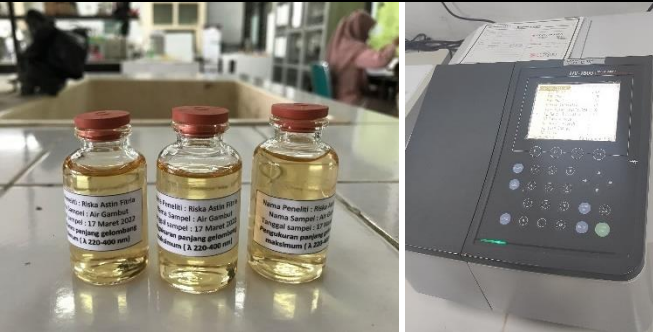
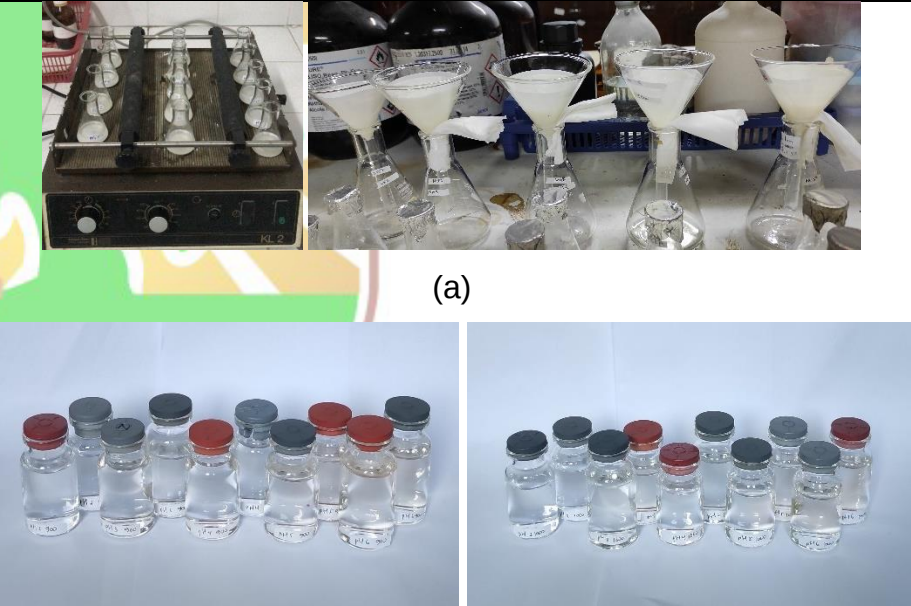
		 (b)  (c)
3	Sintesis Hidroksiapatit (a) Penimbangan bahan CaO dan KH_2PO_4 (b) Proses sintesis hidroksiapatit, campuran di-<i>stirrer</i>, pengaturan pH, proses hidrotermal menggunakan autoclave, penyaringan dan pemanasan hidroksiapatit (c) Hasil sintesis hidroksiapatit	 (a)

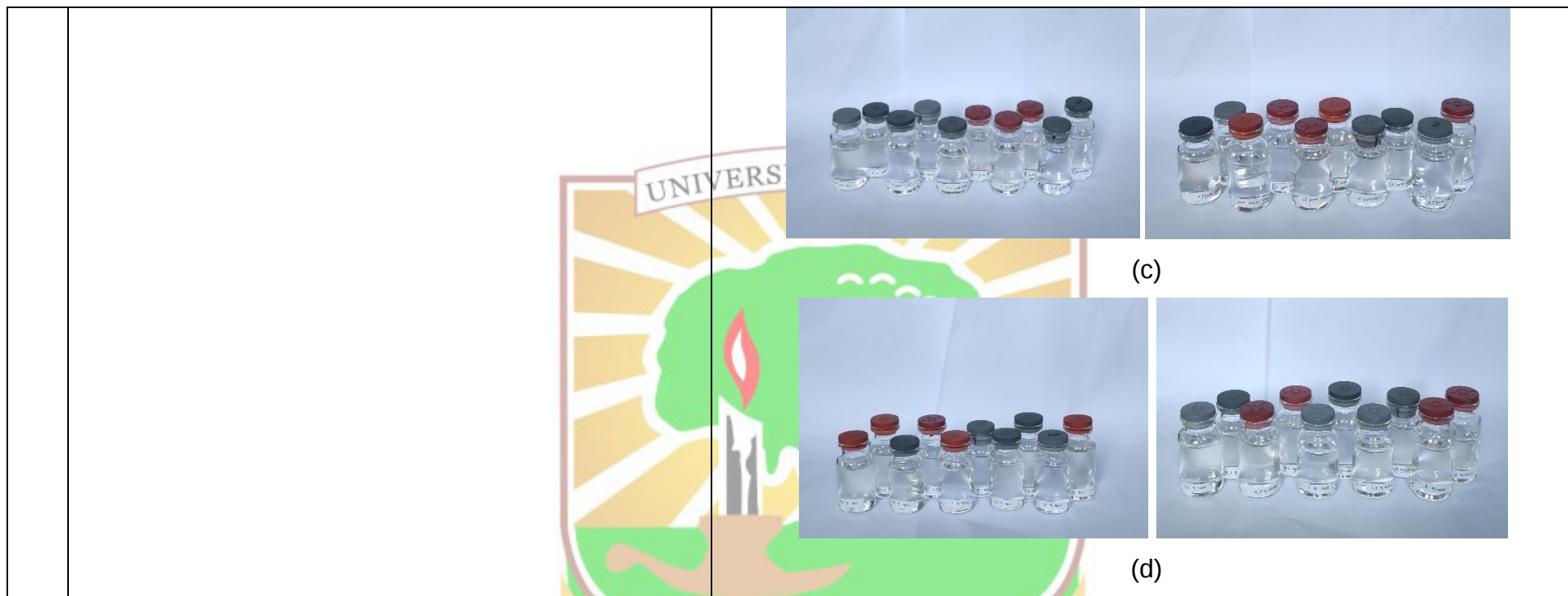


(b)



(c)

4	Pengukuran spektrum serapan air gambut menggunakan Spektro UV-Vis	
5	Penjernihan air gambut (a) Proses penjernihan air gambut (b) Penjernihan air gambut dengan variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 (c) Penjernihan air gambut dengan variasi waktu kontak 0,5 jam, 1 jam, 1,5 jam, 2 jam, dan 2,5 jam (d) Penjernihan air gambut dengan variasi massa 0,1 g; 0,5 g; 1 g; 1,5 g; dan 2 g	 (a) (b)



BIODATA PENULIS

Nama Lengkap : Siti Amirah
 Tempat/ Tanggal Lahir : Payakumbuh / 5 Mei 2000
 Jenis Kelamin : Perempuan
 No. Telp/ HP : 083175492483
 Asal SMA : SMA N 1 Ampek Angkek
 Orang Tua :
 Nama Ayah : Alexander
 Pekerjaan : Wiraswasta
 Nama Ibu : Martalinda
 Pekerjaan : PNS
 Anak Ke- : 2 dari 2 bersaudara
 Alamat Rumah : Jorong Pilubang, Biaro Gadang, Kec.
 : Ampek Angkek, Kab. Agam, Sumatera
 : Barat
 E-mail : sitiamirah0505@gmail.com
 Pengalaman Organisasi : Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA)

