

PROSES SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI LIMBAH TULANG SAPI DAN LARUTAN ASAM FOSFAT (H_3PO_4) MENGGUNAKAN METODE ANALISIS SEM-EDX

Karolus Adhimas Saputra¹, A.P. Bayuseno², Rifky Ismail²

¹Mahasiswa Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

²Dosen Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro

Jl. Prof. Jacub Rais, Tembalang, Kec. Tembalang, Kota Semarang, Jawa Tengah 50275, Telp. +62247460059

E-mail: karolusadhimas18@students.undip.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan proses pembuatan dan pengujian kualitas hidroksiapatit ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) yang berasal dari tubuh hewan, khususnya tulang sapi. Produksi limbah tulang sapi setiap tahunnya meningkat seiring permintaan konsumen yang semakin besar sehingga diperlukan pengelolaan limbah tulang sapi, salah satunya dimanfaatkan menjadi biomaterial, yaitu hidroksiapatit untuk proses implan tulang dan gigi. Metode sintesis hidroksiapatit melalui tahap kalsinasi selama 8 jam dengan temperatur $900^\circ C$, kemudian dilanjutkan proses XRF untuk mengecek kandungan serbuk tulang sapi dan menentukan rasio Ca/P. Sampel diproses menuju tahap hidrotermal dengan variasi temperatur $110^\circ C$ dan durasi 12 – 18 jam. Hasil sampel proses hidrotermal dikarakterisasi menggunakan metode analisis SEM-EDX. Hasil variasi temperatur dan suhu memengaruhi struktur kristal, sifat material, ukuran partikel, dan ikatan senyawa yang terbentuk dalam proses pembuatan serbuk hidroksiapatit.

Kata Kunci : biomaterial; hidroksiapatit; hidrotermal

Abstract

This research aims to synthesize and evaluate the quality of hydroxyapatite ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) derived from animal sources, specifically bovine bone. The annual production of bovine bone waste continues to rise in line with increasing consumer demand, thus requiring effective waste management strategies. One potential utilization is its conversion into biomaterials, particularly hydroxyapatite, for bone and dental implant applications. The synthesis process was carried out through calcination at $900^\circ C$ for 8 hours, followed by X-ray fluorescence (XRF) analysis to examine the composition of the bovine bone powder and to determine the Ca/P ratio. The samples were subsequently subjected to hydrothermal treatment at temperatures $110^\circ C$ and varying durations (12–18 hours). The hydrothermally processed samples were characterized using scanning electron microscopy with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDX). The results demonstrate that variations in temperature and processing time significantly influence the crystal structure, material properties, particle size, and chemical bonding of the synthesized hydroxyapatite powders.

Keyword : biomaterial; hydrothermal synthesis; hydroxiapatite

1. Pendahuluan

Negara Indonesia merupakan negara yang memiliki berbagai macam keanekaragaman hayati, salah satunya pada bidang peternakan sapi. Daging sapi menjadi komoditas penting dalam memenuhi kebutuhan pangan nasional dimana jumlah produksinya tercatat sebesar 437.783 ton sampai bulan Oktober 2021. Produsen terbesar berasal dari peternak lokal hingga menghasilkan 1,2 juta ekor sapi dan kualitas sapi dari bermacam-macam ras, seperti sapi Bali dan sapi Peranakan Ongole (PO) [1]. Usaha peternakan sapi berpeluang menjadi usaha dengan perolehan keuntungan/laba besar dikarenakan permintaan pasar cukup tinggi. Salah satu daerah di Indonesia, Sumatera Utara, populasi ternak sapinya terus mengalami peningkatan mencapai 896.200 ribu ekor dari tahun 2009 sampai 2020 sehingga didapatkan rata-rata data konsumsi penduduk terhadap kebutuhan daging sapi sekitar 5,67% per tahunnya. Di samping itu, potensi limbah ternak sapi yang dihasilkan juga cukup besar karena berbanding lurus dengan permintaan konsumen sehingga dibutuhkan pengelolaan limbah agar tidak merugikan keadaan lingkungan sekitar, seperti pemanfaatan kembali tulang sapi untuk dijadikan biomaterial dalam dunia kesehatan [2].

Biomaterial merupakan suatu material yang didesain untuk berkorelasi dengan sistem biologis pada makhluk hidup dan berfungsi memperbaiki, mengganti, serta meningkatkan jaringan-jaringan tubuh yang sudah mengalami kerusakan. Pengaplikasian biomaterial seringkali diterapkan pada proses pengimplanan tulang dan transplantasi organ sehingga material ini harus bersifat *biocompatible* (menyesuaikan kondisi tubuh), tidak menyebabkan pembengkakan, serta mampu menyatu dengan tubuh makhluk hidup [3]. Kebutuhan material ini mulai meningkat pesat di Indonesia sejak tahun 2014.

Hal ini disebabkan oleh munculnya beberapa insiden kecelakaan akibat tertimpa beban, jatuh dari ketinggian, dan bencana alam sehingga fenomena yang terjadi banyak masyarakat mengalami fraktur tulang. Sebagai solusi proses pemulihan, diperlukan sebuah bahan alami atau sintesis untuk membantu keterbatasan gerak pasien berupa hidroksiapatit [4].

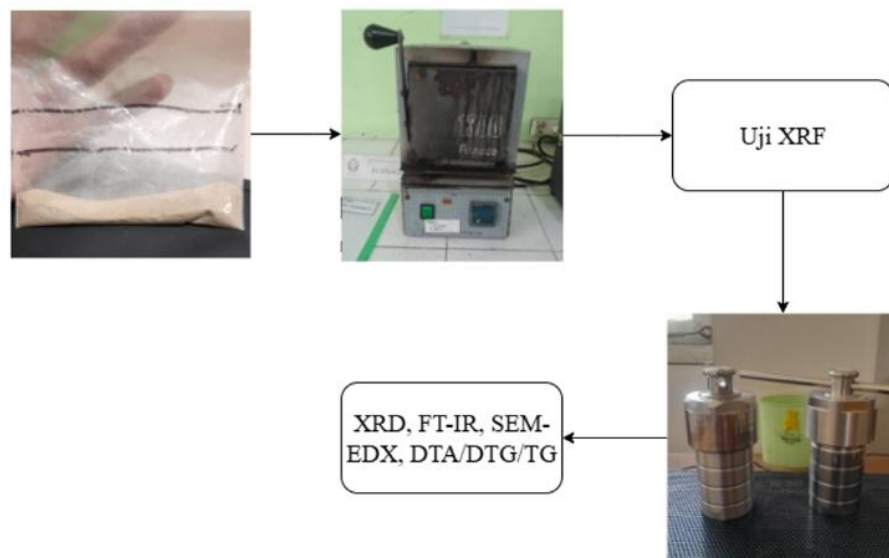
Hidroksiapatit adalah salah satu contoh produk biomaterial keramik yang sering diaplikasikan dalam dunia medis. Senyawa ini tersusun dari unsur utama kalsium, fosfor, oksigen, dan hidrogen, secara kimia penulisan bentuk molekulnya menjadi $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit memiliki kemiripan struktur kristal dengan beberapa komponen tubuh manusia, seperti gigi dan tulang sehingga mampu digunakan dalam proses pengimplanan. Bahan baku penyusun hidroksiapatit bisa ditemukan di beberapa bagian tubuh hewan, seperti tulang sapi, cangkang kerang, cangkang telur, dan cangkang kepiting. Salah satu bagian yang memiliki unsur kalsium terbesar ada pada tulang sapi dikarenakan mempunyai kandungan Ca sekitar 7,07% dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO_3), dan kalsium florida (CaF) sekitar 1,96%, serta penyusun lain, yaitu fosfor (P) pada bentuk magnesium fosfat ($\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$) sebesar 2,09% dan dalam bentuk kalsium fosfat ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) sebesar 58,30% [5]. Proses perolehan hidroksiapatit perlu melalui metode presipitasi dimana senyawa sintesis ini dikalsinasi/dipanaskan sampai prakiraan suhu lebih dari 850°C dengan durasi 5 jam sehingga melepaskan senyawa karbon dan air di bubuk tulang sapi. Hasil kalsinasi yang telah selesai dikarakterisasi dengan metode XRD (*X-Ray Diffractometer*) guna mengetahui bentuk fasa dan metode SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk dilakukan pembuktian morfologinya [6].

Limbah konsumsi daging sapi di Indonesia cukup besar, mencapai 498.923,14 ton pada tahun 2022, serta pengelolaan limbah tulang sapi belum dimaksimalkan dengan baik [7]. Di samping itu, kebutuhan implan tulang di Indonesia terus meningkat, sedangkan proses mendapatkannya masih secara impor dengan biaya sekitar dua juta rupiah [8]. Hal ini mendasari perlu adanya penelitian lebih lanjut terkait hidroksiapatit pada tulang sapi sebagai solusi pemanfaatan biomaterial yang lebih terjangkau dan lebih efektif dalam mengurangi dampak negatif di lingkungan sekitar.

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan proses pembuatan dan pengujian kualitas hidroksiapatit yang berasal dari tubuh hewan, khususnya tulang sapi. Proses pembuatan hidroksiapatit diawali dengan kalsinasi, kemudian dilanjutkan pengujian *X-ray Fluorescence* (XRF). Setelah melalui uji XRF, serbuk hidroksiapatit diberikan reagen yang sesuai dan masuk ke tahap proses hidrotermal. Pengujian dilakukan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

2. Metode Penelitian

Pada pengujian kali ini, proses sintesis hidroksiapatit beserta karakterisasinya dilakukan secara rinci pada gambar 1, diawali dengan pulverisasi tulang sapi hingga karakterisasi hasil proses hidrotermal.



Gambar 1. Diagram alir metode penelitian

Penumbukan tulang sapi diawali menggunakan alat *bone milling* untuk menghasilkan serpihan yang lebih kecil. Hasil serpihan disaring pada alat *mesh* 100x, yaitu saringan dengan 100 lubang per inci. Proses penyaringan berfungsi untuk serbuk tulang sapi memiliki distribusi panas merata selama proses kalsinasi [9]. Proses kalsinasi dilakukan pada temperatur 900°C menggunakan *furnace* selama 8 jam guna menghilangkan senyawa organik, seperti protein, kolagen, dan zat volatil lainnya. Setelah melalui tahap kalsinasi, hasil sampel diuji menggunakan XRF untuk mengetahui besaran kandungan zat-zat kimia.

Analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) menggunakan alat EDAX model Orbis Micro-XRF berfungsi untuk menentukan takaran reagen asam fosfat (H_3PO_4) yang dibutuhkan dalam proses hidrotermal. Prinsip kerja XRF

didasarkan pada interaksi sinar-X dengan sampel. Saat foton ditembakkan ke material, energi yang dihasilkan mampu melepaskan elektron dari kulit K atom sehingga elektron tersebut terlepas dari ikatan inti [10]. Hasil data dimanfaatkan untuk menentukan rasio kalsium terhadap fosfor (Ca/P) yang diperlukan.

Proses hidrotermal diawali dengan menambahkan larutan reagen H_3PO_4 ke serbuk hasil proses kalsinasi untuk mencapai rasio Ca/P ideal sebesar 1,67. Serbuk diletakkan pada *autoclave* yang wadahnya berlapis teflon. Temperatur yang diaplikasikan adalah $110^\circ C$ dengan variasi durasi 12, 14, 16, dan 18 jam. Setelah proses hidrotermal, serbuk dikeringkan menggunakan oven selama 120 menit dan dilanjutkan ke metode analisis SEM.

Pengamatan morfologi partikel hidroksiapatit memanfaatkan metode *Scanning Electron Microscopy* (SEM) pada alat Hitachi SU3500 dengan perbesaran hingga 25000x. Analisis SEM memberikan data mengenai struktur permukaan dan ukuran partikel tulang sapi.

Variabel kontrol dalam penelitian ini terdiri dari serbuk tulang sapi *mesh* 100x dan suhu kalsinasi $900^\circ C$ selama 8 jam. Variabel bebas meliputi proses hidrotermal dengan variasi waktu 12, 14, 16, dan 18 jam, dan temperatur $110^\circ C$. Variabel terikat berupa data morfologi partikel hidroksiapatit yang dihasilkan dari pengujian SEM.

3. Hasil dan Pembahasan

Hasil analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) terhadap limbah tulang sapi yang telah melalui proses kalsinasi selama 8 jam pada suhu $900^\circ C$ ditunjukkan pada Tabel 1. Kandungan senyawa terbesar diperoleh oleh kalsium oksida CaO sebesar 47% dan fosfor pentakoksida sebesar 32% (P_2O_5).

Tabel 1. Analisis XRF Serbuk Tulang Sapi Hasil Kalsinasi Selama 8 Jam pada Suhu $900^\circ C$

Senyawa	Massa (%)
MgO	0.413
Al ₂ O ₃	0.0865
SiO ₂	0.328
P ₂ O ₅	32.0
SO ₃	0.168
Cl	0.0700
K ₂ O	0.0547
CaO	47.0
Fe ₂ O ₃	0.132
CuO	0.0188
ZnO	0.0142
SrO	0.0505

Hasil proses kalsinasi pada 3 gram limbah tulang sapi akan mengalami pengurangan massa akibatnya menghilangkan senyawa-senyawa organik sehingga menyisakan kadar berat serbuk $\pm 1,38$ gram. Berdasarkan kandungan senyawa CaO dan P_2O_5 , rasio Ca/P dari hasil kalsinasi adalah sebesar 1,80 dan dijabarkan pada persamaan 1, 2, dan 3.

$$CaO = (1,5 \text{ gr} \times 47\%) \times \frac{40}{56} = 0,5036 \text{ gr} \quad (1)$$

$$P_2O_5 = (1,5 \text{ gr} \times 32\%) \times \frac{62}{142} = 0,2098 \text{ gr} \quad (2)$$

$$\text{Rasio molar } Ca/P = \frac{\frac{Massa Ca}{MR Ca}}{\frac{Massa P}{MR P}} = \frac{0,0126}{0,007} = 1,80 \quad (3)$$

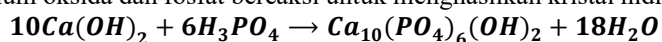
Hasil rasio Ca/P yang didapatkan mendekati rasio hidroksiapatit ideal, yaitu 1,67. Hal ini membuktikan bahwa hasil serbuk kalsinasi memiliki kadar unsur kalsium yang tinggi. Penambahan larutan reagen H_3PO_4 sebesar 0,07 ml berdasarkan persamaan 4.

$$mol P = \frac{\rho \times volume \times kadar}{MR H_3PO_4} \quad (4)$$

$$0,001 = \frac{1,685 \times volume \times 0,85}{98} \quad (5)$$

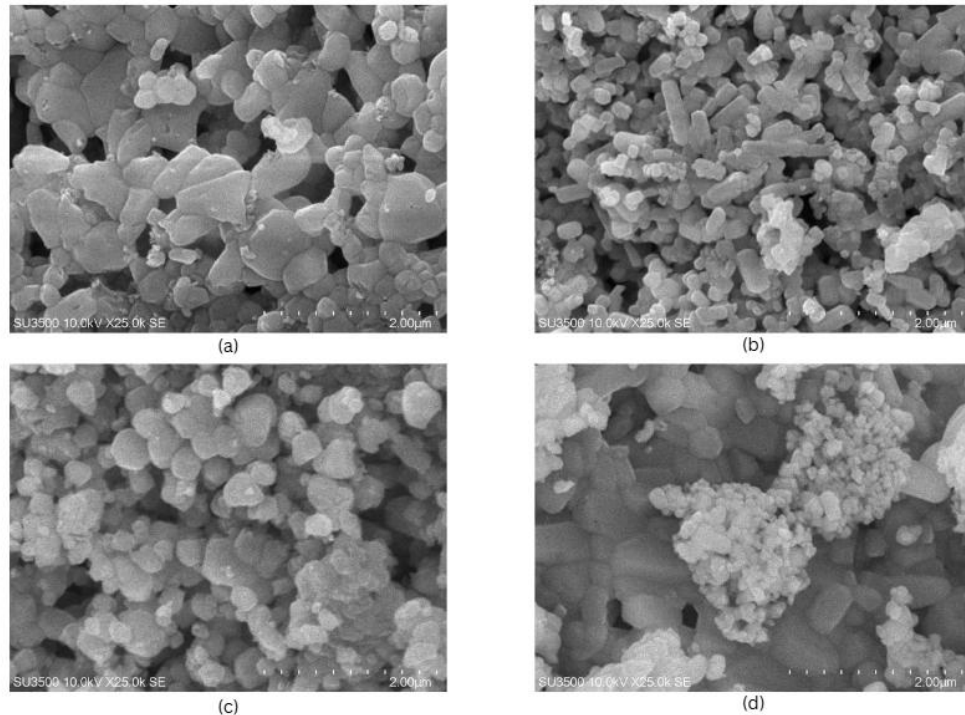
$$volume = 0,068 \text{ ml} = 0,07 \text{ ml} \quad (6)$$

Penambahan larutan reagen asam fosfat bertujuan untuk memberikan kadar fosfor yang dibutuhkan dalam pembentukan hidroksiapatit. Proses selanjutnya merupakan struktur reaksi kimia pada kondisi hidrotermal, di mana kalsium oksida dan fosfat bereaksi untuk menghasilkan kristal hidroksiapatit sebagai penyusun utama pada persamaan 7.



Persamaan reaksi kimia menunjukkan proses pembentukan senyawa hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) melalui reaksi antara kalsium oksida (CaO) dan asam fosfat (H_3PO_4). Dua (2) ion penyusun utama hidroksiapatit (HA), yaitu ion kalsium (Ca^{2+}) dan ion fosfat (PO_4^{3-}) bereaksi membentuk kristal HA. Proses ini memenuhi standar untuk pengaplikasian biokeramik dan rekayasa implan jaringan tulang.

Metode analisis data menggunakan SEM di setiap variasi hidrotermal 12, 14, 16, dan 18 jam menunjukkan morfologi permukaan partikel HA yang diobservasi pada perbesaran 25.000 kali dengan tegangan percepatan elektron 10,0 kV. Beberapa partikel HA membentuk aglomerat (penggumpalan) dengan ukuran yang tidak teratur, serta permukaan partikel kasar. Hasil data SEM ditunjukkan pada gambar 2 sebagai berikut.



Gambar 2. Hasil SEM hidroksiapatit pada variasi durasi hidrotermal : (a) 12 jam, (b) 14 jam, (c) 16 jam, dan (d) 18 jam

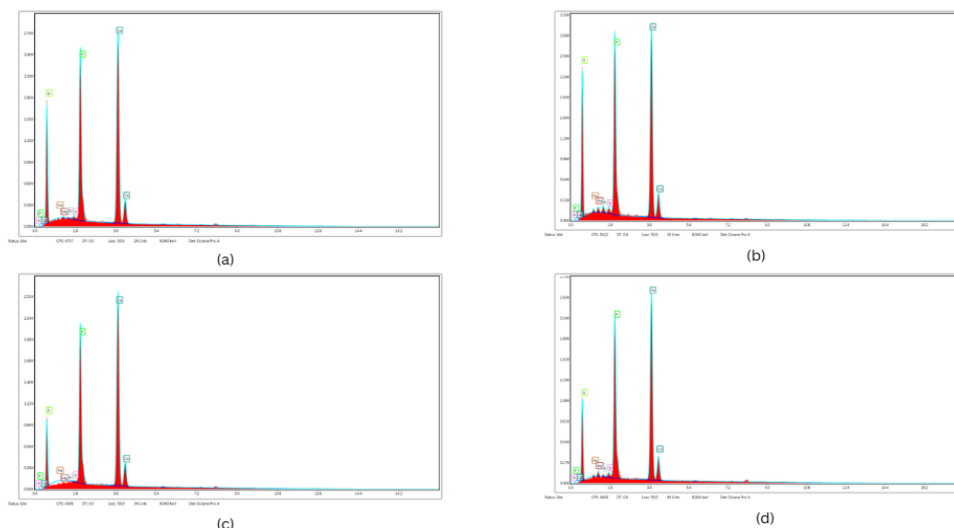
Bentuk partikel setiap variasi durasi berbeda-beda setiap proses hidrotermalnya. Pada 12 jam partikel memiliki bentuk kristalin yang menunjukkan pertumbuhan awal pembentukan kristal hidroksiapatit. Ukuran partikel tersebut seiring berjalannya durasi hidrotermal berkembang menjadi bentuk dan ukuran yang bervariasi. Pada Tabel 2 menjabarkan tentang bentuk dan ukuran partikel, dan tingkat aglomerasi di setiap sampel hidroksiapatit.

Tabel 2. Analisis Morfologi Partikel Berdasarkan Variasi Waktu Hidrotermal

Variasi	Ukuran Partikel	Bentuk Partikel	Tingkat Aglomerasi
12 Jam	Besar, terlihat jelas batas kristal	Kristalin	Belum terlihat adanya proses aglomerasi partikel
14 Jam	Mulai mengecil	Butiran berbentuk <i>rod</i> /batang	Agglomerasi partikel mulai muncul, tetapi masih kecil
16 Jam	Kecil, pertumbuhan homogen	Globular	Agglomerasi optimal dengan partikel saling menempel, pertumbuhan kristal terjadi homogen
18 Jam	Besar, terjadi aglomerasi berlebihan	Agglomerasi <i>cluster</i> , nanopartikel tidak seragam	Agglomerasi <i>overgrowth</i> menjadi satu kelompok besar

Berdasarkan dari data SEM di atas, durasi hidrotermal menjadi salah satu faktor kunci dalam pembentukan kristal hidroksiapatit. Semakin lama proses hidrotermal, ukuran partikel cenderung mengecil dan aglomerasi meningkat. Pada durasi 16 jam, partikel menunjukkan aglomerasi yang optimal ditandai dengan pertumbuhan kristal yang seragam/homogen.

Gambar 3 memperlihatkan grafik hasil analisis *Energy Dispersive X-ray* (EDX) yang dilakukan dengan parameter pengujian berupa tegangan percepatan sebesar ± 15 kV dan tingkat perbesaran mencapai 5000 kali. Pengambilan data dilakukan pada sudut antara detektor dan permukaan sampel sebesar $87,5^\circ$ dengan waktu perekaman sinyal (*live time*) selama 50 detik. Sinyal yang terdeteksi memiliki energi sebesar 8,040 keV dengan jumlah hitungan (*count rate*) yang bervariasi pada setiap sampel, yakni 24 hitungan untuk sampel dengan waktu sintesis 12 jam, 38 hitungan untuk 14 jam, 34 hitungan untuk 16 jam, dan 49 hitungan untuk 18 jam. Instrumen detektor yang digunakan dalam analisis ini adalah tipe Octane Pro A yang memiliki resolusi energi sebesar 139,7 eV dengan waktu penguatan sinyal (*amplification time*) selama 0,12 μ s. Hasil pengukuran berupa grafik spektrum EDX untuk masing-masing sampel hidroksiapatit disajikan pada gambar tersebut sebagai representasi perbedaan komposisi unsur akibat variasi waktu proses sintesis.



Gambar 3. Grafik EDX pada setiap variasi hidrotermal : (a) 12 jam; (b) 14 jam; (c) 16 jam; dan (d) 18 jam

Berdasarkan hasil analisis menggunakan metode EDX, sumbu x pada grafik merepresentasikan energi sinar-X yang dipancarkan oleh sampel hidroksiapatit, dinyatakan dalam satuan keV (*kiloelektronvolt*). Unsur-unsur yang teridentifikasi dalam spektrum meliputi kalsium (Ca), fosfor (P), oksigen (O), natrium (Na), magnesium (Mg), kalium (K), aluminium (Al), dan silikon (Si), di mana masing-masing unsur menampilkan nilai energi karakteristik yang berbeda sesuai posisi puncaknya pada grafik. Sementara itu, sumbu y menggambarkan intensitas sinar-X yang terdeteksi, dinyatakan dalam satuan jumlah hitungan (*counts*) oleh detektor. Semakin tinggi puncak yang terbentuk pada grafik, maka semakin besar pula intensitas sinar-X karakteristik yang dihasilkan oleh unsur tersebut. Puncak tertinggi pada spektrum teramati berasal dari unsur Ca, P, dan O, yang menunjukkan bahwa pada seluruh variasi waktu proses hidrotermal, unsur-unsur penyusun utama hidroksiapatit telah terbentuk dengan baik dan sesuai dengan karakteristik khas material tersebut.

4. Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan tulang sapi dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan senyawa hidroksiapatit (HA) dengan proses kalsinasi dan hidrotermal. Proses kalsinasi di temperatur 900°C selama 8 jam menghasilkan serbuk tulang dengan senyawa utama penyusun HA, yaitu CaO dan P_2O_5 , serta rasio Ca/P diperoleh sebesar 1,80 mendekati nilai ideal rasio Ca/P hidroksiapatit sebesar 1,67. Penggunaan reagen asam fosfat terbukti berpengaruh dalam pencapaian struktur sintesis hidroksiapatit.

Pada metode analisis SEM, proses hidrotermal pada suhu 110°C selama 12–18 jam struktur dan ukuran partikel hidroksiapatit. Semakin lama durasi proses hidrotermal, partikel yang dihasilkan semakin mengecil diikuti dengan aglomerasi partikel yang semakin meningkat. Sampel 16 jam membuktikan bahwa struktur partikel yang terbentuk ideal karena variasi ukuran partikel HA terjadi secara homogen, serta aglomerasi berkembang secara optimal. Pada analisis EDX menunjukkan unsur-unsur utama penyusun hidroksiapatit, seperti Ca, P, dan O memiliki puncak tertinggi sehingga membuktikan partikel hidroksiapatit terbentuk dengan baik. Hasil penelitian hidroksiapatit ini berguna dalam pengembangan rekayasa jaringan tulang atau pembuatan perangkat medis lainnya dan mendukung program *sustainable* dikarenakan menggunakan bahan baku penyusun HA yang dapat didaur ulang.

5. Daftar Pustaka

- [1] A. F. Fatonah, R. Priyanto, H. Nuraini, and E. L. Aditia, "Produktivitas Dan Nilai Ternak Sapi Lokal Serta kerbau di pasar tradisional," *Jurnal Agripet*, vol. 23, no. 1, pp. 16–24, Apr. 2023. doi:10.17969/agripet.v23i1.22818
- [2] E. D. Martauli, S. B. Karo, S. Sembiring, and R. Sembiring, "Analysis of cattle livestock development potential in North Sumatra Province," *JURNAL ILMIAH PETERNAKAN TERPADU*, vol. 10, no. 2, p. 193, Aug. 2022.

-
- doi:10.23960/jipt.v10i2.p193-208
- [3] F. Afifah and S. E. Cahyaningrum, “Sintesis Dan Karakterisasi hidroksiapatit dari Tulang Sapi (BOS Taurus) Menggunakan Teknik Kalsinasi synthesis and characterization of hydroxyapatite from Cow Bones (Bos Taurus) using calcination techniques,” *Unesa Journal of Chemistry*, vol. 9, no. 3, pp. 189–196, Nov. 2020. doi:10.26740/ujc.v9n3.p189-196
 - [4] T. Mujiyanti, Y. A. Hariyanto, and R. S. Ananingtyas, “Analisis Struktur Kristal Kalsium Hidroksida dari Cangkang Bekicot Sebagai kandidat raw material hidroksiapatit Berbasis Bahan Alam,” *Briliant: Jurnal Riset dan Konseptual*, vol. 6, no. 4, p. 890, Dec. 2021. doi:10.28926/briliant.v6i4.811
 - [5] A. H. Amrullah and M. A. Irfa'i, “PENGARUH LAMA WAKTU PENGADUKAN PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT DARI TULANG SAPI DENGAN METODE PRESIPITASI UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL,” *JTM*, vol. 11, no. No. 02, pp. 149–154, 2023.
 - [6] Y. Pratama and M. A. Irfa'i, “PENGARUH SUHU DAN WAKTU KALSINASI TERHADAP KEMURNIAN HIDROKSIAPATIT BERBASIS TULANG SAPI DENGAN METODE PRESIPITASI ,” *JTM*, vol. 11, no. No. 01, pp. 7–12, 2023.
 - [7] H. A. Suratman, H. P. Wijksono, H. H, and S. Fauziyah, “Pemanfaatan Limbah Tulang Sapi Dan Kaca Sebagai substitusi parsial semen terhadap Bata Beton Pejal,” *Jurnal Sipil dan Arsitektur*, vol. 1, no. 2, pp. 46–54, Sep. 2023. doi:10.14710/pilras.1.2.2023.46-54
 - [8] S. Hanif P. et al., “Sintesis Hidroksiapatit Yang Meniru Apatit biologis dari Cangkang Telur Untuk Rekayasa Jaringan Tulang,” *Prosiding Industrial Research Workshop and National Seminar*, vol. 15, no. 1, pp. 14–18, Aug. 2024. doi:10.35313/irwns.v15i1.6210
 - [9] O. Yurchenko, H. F. Pernau, L. Engel, and J. Wöllenstein, “Differential thermal analysis techniques as a tool for preliminary examination of catalyst for combustion,” *Sci. Rep.*, vol. 13, no. 1, pp. 1–13, 2023, doi: 10.1038/s41598-023-36878-8.
 - [10] A. I. Mustamin and N. Djam'an, “ANALISIS UNSUR LOGAM PADA SAMPEL ORE DENGAN METODE X-ray fluorescence (XRF) DI PT. HUAYUE NICKEL COBALT,” thesis, Makassar, 2024