

SINTESIS DAN KARAKTERISASI β -TRICALCIUM PHOSPHATE DARI CANGKANG TELUR AYAM DENGAN VARIASI SUHU SINTERING

Hardiyanti, K. Dahlan

Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Pertanian Bogor, Kampus IPB Dramaga-Bogor, 16680

ABSTRACT

β -tricalcium phosphate includes a group of calcium phosphate compounds. β -Tricalcium phosphate was obtained by the chemical reaction of calcium oxide and phosphoric acid using the precipitation method on the solution temperature at 50°C and its sintering temperature varies, which are 800°C , 900°C , 1000°C , 1100°C , 1200°C , and 1300°C . In this study, calcium oxide based on chicken eggshells. The characterization results which using x-ray diffractometer shows that the most optimum β -tricalcium phosphate which is fabricated at the sintering temperature of 1000°C with a percentage of 76,97%, the crystal size of 57,47 nm, the degree of crystallinity of 84,51%, while the characterization results which using fourier transform infrared spectrometer identify the existence of the hydroxyl group at the wavenumber of $3600\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$ and the phosphate group at the wavenumber of $1200\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. Micrograph of scanning electron microscopy shows that β -tricalcium phosphate shaped with a size of $0,6\text{ }\mu\text{m}$.

Keywords : β -Tricalcium Phosphate, chicken eggshell, calcium oxide, sintering

ABSTRAK

β -tricalcium phosphate merupakan senyawa kalsium fosfat. β -tricalcium phosphate pada penelitian ini diperoleh dari reaksi kimia kalsium oksida dan asam fosfat dengan metode presipitasi pada suhu 50°C dan sintering dengan suhu 800°C , 900°C , 1000°C , 1100°C , 1200°C , dan 1300°C . Pada penelitian ini kalsium oksida yang digunakan adalah hasil kalsinasi cangkang telur ayam. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi x-ray diffractometer, β -tricalcium phosphate optimum diperoleh dengan suhu kalsinasi 1000°C dengan presentasi 76,97%. Ukuran kristal β -tricalcium phosphate optimum 57,47 nm dengan derajat kristalinitas 84,51%. Struktur kristal β -tricalcium phosphate yang terbentuk diperkuat oleh spektrum fourier transform infrared yang menunjukkan adanya gugus hidroksil pada bilangan $3600\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$ dan gugus fosfat pada bilangan $1200\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. Ukuran partikel yang diperoleh diukur dengan menggunakan scanning electron microscope dan partikel size analyzer. Mikrograf scanning electron microscopy memperlihatkan β -tricalcium phosphate berbentuk granula berukuran $0,6\text{ }\mu\text{m}$.

Kata kunci: β -Tricalcium Phosphate, cangkang telur, kalsium oksida, sintering

PENDAHULUAN

Tulang merupakan penopang tubuh manusia sehingga tulang menjadi komponen penting bagi manusia dan harus dijaga serta dipertahankan kekuatannya.¹ Kerusakan pada tulang menyebabkan terganggunya fungsi tubuh. Kerusakan tulang yang paling sering terjadi adalah patah tulang (fraktur). Untuk mengatasi patah tulang (fraktur) yang lazim dilakukan diantaranya yaitu dengan cara menggips ataupun memasang pen (*implant*). Namun untuk tulang yang retak atau cedera ringan biasanya tidak dibutuhkan *implant*, tetapi hanya perlu diberikan material pengganti tulang yang bisa membantu mempercepat pemulihan tulang dan dapat menggantikan struktur jaringan yang hilang tanpa menimbulkan efek negatif bagi tubuh.

Biomaterial yang biasanya digunakan sebagai pengganti tulang adalah *hydroxyapatite* ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) dan beta-*tricalcium phosphate* ($\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$). Kedua material ini memiliki komposisi kimia yang mendekati struktur tulang dan gigi.² Beta-*tricalcium phosphate* ($\beta\text{-TCP}$) dapat dipakai sebagai pengganti tulang yang potensial karena bersifat *biocompatible*,³ *bioresorbable* (mudah diserap), dan bersifat osteokonduktifitas. *Biocompatible* adalah kemampuan biomaterial untuk menyesuaikan dengan kecocokan tubuh penerima. Osteokonduktifitas adalah kemampuan biomaterial untuk mendukung pelekatan sel-sel osteoblas baru dan osteoprogenitor, memiliki struktur yang saling berhubungan sehingga sel-sel baru dapat berpindah dan pembuluh darah baru dapat terbentuk. Osteoprogenitor adalah sel yang berfungsi untuk membentuk jaringan tulang.⁴

Tricalcium phosphate (TCP) adalah senyawa dengan rumus kimia $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. TCP merupakan senyawa kalsium fosfat yang memiliki rasio molaritas Ca/P sebesar 1,50 dengan massa jenis $3,07 \text{ g/cm}^3$.⁶ Adapun sifat dari $\beta\text{-TCP}$ adalah berpori dan mampu terdegradasi secara biologis dengan laju yang tinggi, *bioresorbable*, bioaktif dan osteokonduktif. Salah satu sifat mekanik dari $\beta\text{-TCP}$ yaitu relatif tidak mudah patah dibandingkan dengan $\alpha\text{-TCP}$.⁷

Beta-*Tricalcium Phosphate* ($\beta\text{-TCP}$) dapat disintesis dengan mereaksikan senyawa kalsium dan fosfat. Salah satu bahan alami yang mengandung kalsium yang cukup tinggi adalah cangkang telur ayam. Cangkang telur ayam memiliki kandungan %berat kalsium karbonat sebesar 97% sedangkan 3% sisanya terdiri dari fosfor, magnesium, kalium, natrium, seng, mangan, besi dan tembaga.⁵

Cangkang telur yang telah dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 5 jam menjadi kalsium oksida (CaO). Cangkang telur yang telah dikalsinasi dapat digunakan untuk sintesis $\beta\text{-TCP}$ sebagai sumber CaO berbahan alam.⁸

EKSPERIMENTAL

Bahan dan alat

Cangkang telur ayam, larutan H_3PO_4 dan *aquabidest*. Alat yang digunakan terdiri dari neraca analitik, sudip, pipet tetes, gelas ukur 10 ml, labu ukur 100 ml, gelas kimia 250 ml, *furnace*, *hot plate stirrer*, *aluminium foil*, kertas saring, pompa vakum, mortar, buret, perangkat XRD, perangkat spektroskopi FTIR, dan perangkat SEM.

Kalsinasi cangkang telur ayam

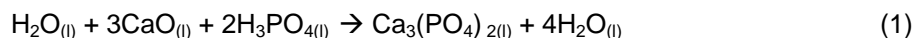
Proses kalsinasi diawali dengan membersihkan cangkang telur dari kotoran makro, membuang membran cangkang telur kemudian cangkang dikeringkan di udara terbuka dikalsinasi selama 5 jam pada suhu $1000^\circ C$.

Sintesis sampel

Sintesis sampel dihasilkan dari cangkang telur ayam yang telah dikalsinasi sebagai sumber kalsium (Ca) dan fosfat (P) yang berasal dari senyawa H_3PO_4 . Kemudian masing-masing sumber kalsium dan fosfat dilarutkan dengan *aquabides* sampai 100 ml. Pada penelitian ini digunakan larutan CaO dengan konsentrasi 1,2 M dan larutan H_3PO_4 dengan konsentrasi 0,8 M. Metode yang digunakan adalah presipitasi yaitu dengan cara meneteskan 100 ml larutan H_3PO_4 ke dalam 100 ml larutan CaO dari cangkang telur sambil dipanaskan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan putar 300 rpm pada suhu $50^\circ C$. Kemudian disaring menggunakan pompa vakum dan dilakukan proses *sintering* selama 7 jam dengan variasi suhu $800^\circ C$, $900^\circ C$, $1000^\circ C$, $1100^\circ C$, $1200^\circ C$, dan $1300^\circ C$.

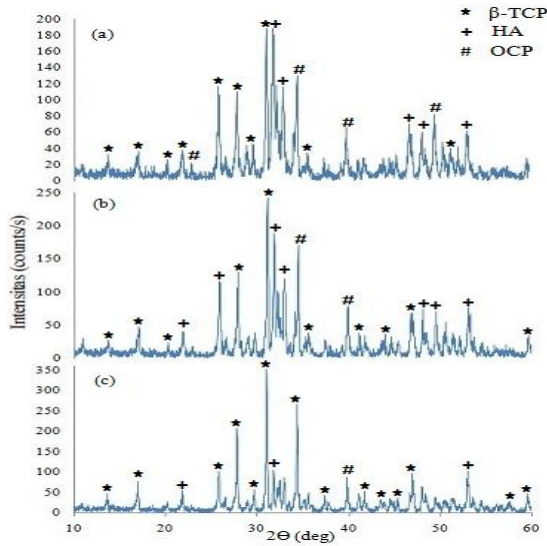
HASIL DAN DISKUSI

β -*tricalcium phosphate* (β -TCP) diperoleh dengan diawali reaksi kimia melalui proses reaksi basah antara senyawa kalsium oksida dan asam fosfat (persamaan 1). Hasil pereaksian ini menghasilkan *defficiency calcium phosphate* sebagai bahan dasar pembentukan β -TCP. Kristalisasi pembentukan β -TCP diperoleh dari proses *sintering*. Untuk mengidentifikasi hasil yang diperoleh dilakukan analisis struktur kristal.

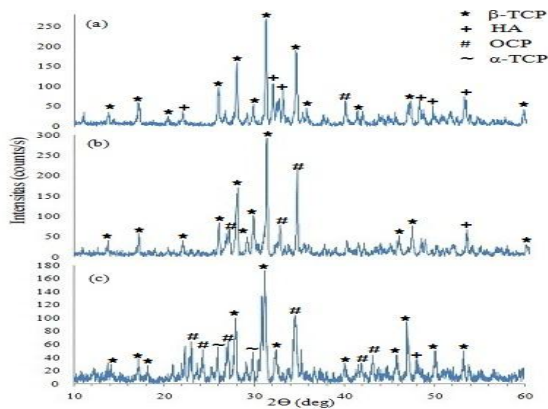


Dari hasil karakterisasi XRD untuk variasi suhu *sintering* $800^\circ C$, $900^\circ C$, $1000^\circ C$, $1100^\circ C$, $1200^\circ C$, dan $1300^\circ C$ (Gambar 1 dan Gambar 2) menunjukkan bahwa fase yang terbentuk pada semua suhu *sintering* yaitu β -TCP, *hydroxyapatite* (HA), *oktocalcium phosphate* (OCP), dan α -TCP. Proses pembentukan β -TCP mulai terbentuk pada suhu $800^\circ C$ hal ini bersesuaian dengan penelitian Abadi *et al*¹¹ disebutkan bahwa fase β -TCP

mulai terbentuk pada suhu 800°C dengan menggunakan sumber kalsium $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ dan sumber fosfat $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. B-TCP yang paling optimum terbentuk pada suhu 1000°C (Gambar 1 (c)) dengan persentase 76,97%, ukuran kristal 57,47 nm, dan derajat kristalinitas 84,51%. Pada penelitian Aisyah¹² yang menggunakan cangkang telur dan H_3PO_4 dengan memvariasikan waktu tahan, menunjukkan bahwa pada suhu 1000°C dengan waktu tahan 7 jam dapat menghasilkan β -TCP yang paling optimum. Perbedaan prekursor pembentuk senyawa kalsium fosfat menyebabkan hasil sintesis memiliki fase yang berbeda.

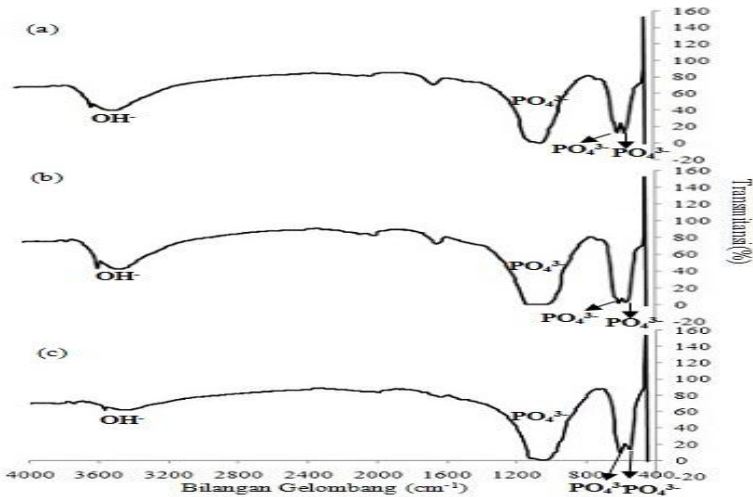


Gambar 1 Pola difraksi sinar-X sampel pada suhu 800°C (a), 900°C (b), dan 1000°C (c)

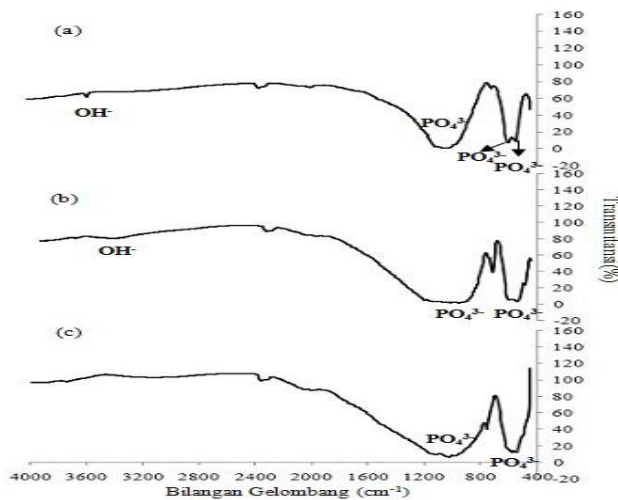


Gambar 2 Pola difraksi sinar-X sampel pada suhu 1100°C (a), 1200°C (b), dan 1300°C (c)

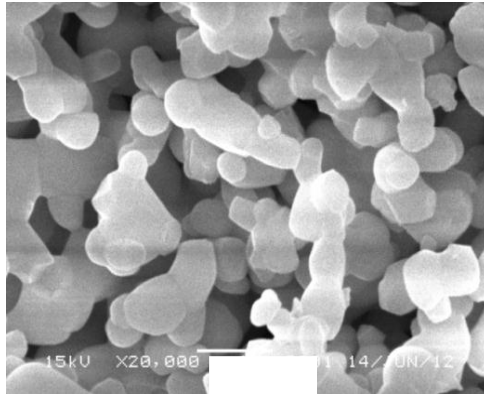
Komposisi molekul yang tersusun pada senyawa β -TCP diidentifikasi dari spektra FTIR (Gambar 3 dan Gambar 4). Pada spektra FTIR yang dihasilkan dapat dilihat bahwa gugus OH⁻ terdapat pada puncak pita pada bilangan gelombang 3600 cm^{-1} sampai 3200 cm^{-1} , gugus PO_4^{3-} pita pada garis bilangan 1200 cm^{-1} sampai 500 cm^{-1} . Puncak pita pada bilangan gelombang 1200 cm^{-1} sampai 500 cm^{-1} menunjukkan pita transmitansi untuk PO_4^{3-} pada $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ sebagai karakteristik β -TCP. Pita-pita tersebut menyatakan kehadiran senyawa kalsium fosfat hasil ini memperkuat identifikasi struktur kristal dengan XRD.



Gambar 3 Spektra FTIR β -TCP suhu 800°C (a), 900°C (b), 1000°C (c)



Gambar 4 Spektra FTIR β -TCP suhu 1100°C (a), 1200°C (b), dan 1300°C (c)



Gambar 5 Hasil Karakterisasi SEM β -TCP pada suhu *sintering* 1000°C 20000x (c)

Morfologi kristal yang diperoleh diidentifikasi dengan SEM. Mikrograf SEM untuk sampel optimum dapat dilihat pada Gambar 5. Dari hasil karakterisasi SEM tersebut dapat diketahui bahwa sampel β -TCP menunjukkan kristal berbentuk granul dengan ukuran sekitar 0,6 μm dengan jarak antar pori rata-rata 1 μm . Hal ini sesuai dengan sifat β -TCP yaitu berpori.

SIMPULAN

Dari karakterisasi XRD maka dapat diketahui suhu optimum untuk menghasilkan β -TCP adalah 1000°C yaitu dengan persentase 76,97%, ukuran kristal 57,47 nm, derajat kristalinitas sebesar 84,51%, ketepatan a sebesar 99,82%, dan ketepatan c sebesar 99,93%.

Karakterisasi FTIR pada suhu 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C dan 1300°C menunjukkan bahwa gugus OH⁻ akan semakin berkurang seiring dengan bertambahnya suhu. Hal ini karena gugus OH⁻ berasal dari H₂O. Sedangkan untuk gugus PO₄³⁻ semakin kecil seiring dengan bertambahnya suhu. Karakterisasi SEM menunjukkan bahwa sampel β -TCP pada suhu 1000°C adalah kristal berbentuk granul dengan ukuran sekitar 0,6 μm dengan jarak antar pori rata-rata 1 μm .

DAFTAR PUSTAKA

1. Sari YW, Prasetyanti F, Dahlan K. Sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur menggunakan dry method. *Jurnal Biofisika* 5 (2);71-78; 2009.
2. Takazaki, *et al.* BMP-2 Release and Dose-Response Studies in Hydroxyapatite and β -Tricalcium Phosphate. *Bio-Medical Materials and Engineering* 19; 141-146: 2009.

3. Kannan *et al.* Synthesis and Structure Refinement of Zinc-Doped β -Tricalcium Phosphate Powder. *Journal of The American Ceramic Society* 92 (7); 1592-1595: 2009.
4. Laurenchin CT (2009). *Bone Graft Substitute Materials*. [Terhubung Berkala]. <http://www.eMedicine.com> (19 Februari 2012).
5. Butcher GD *et al.*. *Concept of Eggshell Quality*. 1990.
6. Dewi SU. (2009). *Pembuatan Komposit Kalsium Fosfat-Kitosan dengan Metode Sonikasi*. [Tesis]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
7. Shi D. *Biomaterial and Tissue Engineering*. New York: Springer. ; 2003.
8. Chen F, Wang ZC, Lin CJ. Preparation and characterization of nano-sized hydroxyapatite particles and hydroxyapatite/chitosan nano-composite for use in biomedical materials. *Materials Letters* 57; 858-861: (2002).
9. Anonim. . *XRD (X-Ray Powder Diffraction)*. [Terhubung Berkala]. <http://matericerdas.wordpress.com>. (19 Februari 2012).
10. Abadi MBH Synthesis of nano β -TCP and Effects on The Mechanical and Biological Properties of β -TCP/HDPE/UHMWPE Nanocomposites. *ProQuest Science.*, 31 (10); 1745: 2010.
11. Aisyah, I. (2011). *Sintesis dan Karakterisasi β -Tricalcium Phosphate Berbasis Cangkang Telur Ayam di Udara Terbuka dengan Variasi Waktu Sintering*. [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor.