

SINTESIS DAN KARAKTERISASI β -TRICALCIUM PHOSPHATE BERBASIS CANGKANG KERANG RANGA PADA VARIASI SUHU SINTERING

N. Selvia,* K. Dahlan, S. U. Dewi.

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

*noviselvia89@gmail.com

ABSTRACT

Many cases of bone loss triggered growing research of bone biomaterial. Biomaterials are widely used for bone substitution is β -tricalcium phosphate (β -TCP). In this research was done the synthesis of β -TCP based on ranga shells. The use of natural materials (shells) can improve the bioactive properties and biocompatibility in the process of bone healing. Ranga shells obtained from the Riau Islands. Synthesis of β -TCP performed by reacting calcium from ranga shell and H_3PO_4 with precipitation method at a temperature of $80^\circ C$ with variations sintering temperature to $800^\circ C$, $900^\circ C$, $1000^\circ C$, $1100^\circ C$, $1200^\circ C$, and $1300^\circ C$. To determine the phase formed in the samples analyzed using X-ray diffraction (XRD). XRD pattern shows the presence of peaks belongs to β -TCP, hydroxyapatite (HA), carbonate apatite tipe-A (CAA), and octacalcium phosphate (OCP). β -TCP optimum form on the β -TCP samples sintering temperature $1200^\circ C$ holding time 7 hours with the percentage of β -TCP produces by 81,98%. The formation of β -TCP was also strengthened by the results of Fourier transform infrared characterization (FTIR) is characterized by the presence of phosphate (PO_4^{3-}) and hydroxyl (OH). Micrograph of scanning electron microscopy (SEM) on sample of β -TCP optimum β -TCP showed in the form of chunks that are composed into a coarse aggregate. β -TCP optimum sample has an average particle size of 693,65 nm were measured using the PSA.

Keywords: β -tricalcium phosphate, biocompatible, biodegradable, presipitasi, sintering

ABSTRAK

Banyaknya kasus kerusakan tulang memicu berkembangnya riset biomaterial tulang. Biomaterial yang banyak digunakan untuk substitusi tulang adalah β -tricalcium phosphate (β -TCP). Pada penelitian ini dilakukan sintesis β -TCP berbasis cangkang kerang ranga. Penggunaan bahan alam (cangkang kerang) dapat meningkatkan sifat bioaktif dan biokompabilitas dalam proses penyembuhan tulang. Serbuk cangkang kerang ranga diperoleh dari perairan kepulauan Riau. Sintesis β -TCP dilakukan dengan mereaksikan kalsium dari cangkang kerang ranga dan H_3PO_4 dengan metode presipitasi pada suhu $80^\circ C$ pada variasi suhu sintering $800^\circ C$, $900^\circ C$, $1000^\circ C$, $1100^\circ C$, $1200^\circ C$, dan $1300^\circ C$. Untuk mengetahui fase yang terbentuk pada sampel dilakukan analisis menggunakan x-ray diffraction (XRD). Pola XRD menunjukkan hadirnya puncak milik β -TCP, hydroxyapatite (HA), carbonate apatit tipe-A (CAA), dan octacalcium phosphate (OCP). β -TCP optimum terbentuk pada sampel β -TCP suhu sintering $1200^\circ C$ waktu tahan 7 jam dengan persentase β -TCP yang dihasilkan sebesar 81,98%. Terentuknya β -TCP juga diperkuat dengan hasil karakterisasi fourier transform infrared (FTIR) ditandai dengan adanya gugus fosfat

(PO_4^{3-}) dan hidroksil (OH). Mikrograf scanning electron microscopy (SEM) pada sampel β -TCP optimum menunjukkan adanya β -TCP dalam bentuk bongkahan yang tersusun menjadi sebuah agregat kasar. Sampel β -TCP optimum memiliki ukuran partikel rata-rata sebesar 693,65 nm yang diukur dengan menggunakan perangkat PSA.

Kata kunci: β -tricalcium phosphate, biocompatible, biodegradable, presipitasi, sintering

PENDAHULUAN

Kasus kerusakan tulang akibat trauma, tumor, atau kecelakaan lalu lintas yang mengakibatkan *fractur* (patah tulang) dapat menimpa setiap orang kapan saja. *Fractur* adalah terputusnya kontinuitas jaringan tulang dan tulang rawan yang umumnya disebabkan oleh cedera.¹ Kasus *fractur* dapat mengakibatkan kehilangan struktur tulang, sehingga diperlukan adanya suatu bahan yang diharapkan menjadi alternatif untuk menggantikan atau mempercepat proses perbaikan bagian tulang yang rusak. Bahan tersebut disebut biomaterial implantasi tulang.

Biomaterial merupakan suatu bahan yang digunakan sebagai suatu sistem pada jaringan, organ, atau fungsi tubuh.² Biomaterial yang digunakan sebagai implantasi tulang diharapkan dapat berinteraksi dengan jaringan di sekitarnya tanpa adanya reaksi balik atau penolakan oleh tubuh manusia. Pemilihan biomaterial yang tepat sangat diperlukan dalam proses implantasi. Biomaterial yang dipilih adalah biomaterial yang mudah diperoleh, *biocompatible* (sesuai dengan jaringan keras dalam komposisi dan morfologi), bioaktif, dan tidak toksik.³ Penggunaan biomaterial sebagai bahan implantasi tulang bertujuan untuk memperbaiki posisi patahan tulang ke posisi semula (reposisi) dan mempertahankan posisi itu selama masa penyembuhan patah tulang (imobilisasi).²

Pada umumnya biomaterial yang digunakan sebagai bahan pengganti tulang adalah *hydroxyapatite* ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) dan *tricalcium phosphate* ($Ca_3(PO_4)_2$) karena kedua material ini memiliki komposisi kimia yang mendekati dengan komponen anorganik yang ada di dalam tulang. Untuk keperluan medis *tricalcium phosphate* (TCP) memiliki sifat *biodegradable*, bioaktif, dan tingkat kelarutan yang tinggi dibandingkan dengan *hydroxyapatite* (HA). Salah satu *polymorf* TCP yang banyak digunakan untuk rekonstruksi tulang yaitu β -TCP karena memiliki tingkat biodegradasi yang sesuai dengan laju pertumbuhan tulang dan memiliki sifat *osteoconductive*.⁴

Metode pembuatan β -TCP dapat dilakukan secara sintesis (buatan manusia). Sumber kalsium untuk menghasilkan β -TCP dapat diperoleh dari bahan alam seperti koral, kerang, dan cangkang telur. Penggunaan bahan tersebut sebagai sumber kalsium karena sebagian besar kandungan yang terdapat pada bahan tersebut adalah kalsit (kalsium karbonat, $CaCO_3$). Sintesis β -TCP dari bahan alam lebih baik karena bahan tersebut dapat meningkatkan sifat bioaktif dan *biocompatible*.⁵ Pada penelitian ini, β -TCP dibuat dengan menggunakan sumber kalsium alami dari limbah cangkang kerang *ranga* yang didapatkan dari daerah perairan kepulauan Riau.

Sintesis β -TCP berbasis cangkang kerang *ranga* ini diharapkan dapat menambah nilai guna limbah cangkang kerang *ranga* dari masyarakat Indonesia menjadi biomaterial tulang yang ekonomis dalam bidang medis.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan terdiri dari gelas ukur 10 ml, labu ukur 100 ml, gelas kimia 250 ml, *magnetic stirrer*, *thermometer digital*, *furnace*, timbangan analitik, *hotplate*, pompa vakum, kertas saring, mortar, *aluminium foil*, perangkat *x-ray diffraction* (XRD), perangkat spektroskopi *fourier transform infrared* (FTIR), perangkat *scanning electron microscopy* (SEM), dan perangkat *particle size analysis* (PSA). Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk cangkang kerang *ranga*, H_3PO_4 proanalisis dan *aquabides*. Kerang dan serbuk kerang yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 cangkang kerang *ranga* (a) dan serbuk cangkang kerang *ranga* basah (b).

Sintesis β -TCP

Sintesis β -TCP menggunakan sumber kalsium dari cangkang kerang *ranga* dan fosfat dari H_3PO_4 . Molaritas Ca : P yang digunakan yaitu (1,2 : 0,8) M. Sintesis β -TCP diawali dengan preparasi cangkang kerang *ranga*. Serbuk cangkang kerang *ranga* basah yang diperoleh dibersihkan dari kotoran makro, kemudian dikeringkan pada suhu $110^\circ C$ selama 8 jam. Sebanyak 100 ml larutan $CaCO_3$ 1,2 M direaksikan dengan 100 ml larutan H_3PO_4 0,8 M menggunakan metode presipitasi dengan menggunakan *hotplate* dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan putar 300 rpm pada suhu $80^\circ C$. Kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring dan pompa vakum untuk mempercepat proses penyaringan. Setelah itu dilakukan *sintering* pada variasi suhu $800^\circ C$, $900^\circ C$, $1000^\circ C$, $1100^\circ C$, $1200^\circ C$, dan $1300^\circ C$ pada waktu tahan selama 7 jam. Setelah sampel diperoleh, kemudian dikarakterisasi sifat fisiknya dengan menggunakan XRD, FTIR, SEM, dan PSA.

Karakterisasi XRD

Sampel serbuk sebanyak 200 mg ditempatkan di dalam plat aluminium berdiameter 2 cm. Setelah itu dikarakterisasi menggunakan XRD XD-610 SHIMADZU dengan sumber $\text{CuK}\alpha$ yang memiliki panjang gelombang 1,54056 Å. Tegangan yang digunakan sebesar 40 kV dan arus generatornya sebesar 20 mA. Pengambilan data difraksi dilakukan dalam rentang sudut difraksi 2θ dari 10° sampai 70° dengan kecepatan baca diset $0,02^\circ$ per detik. Analisis kualitatif XRD yang dilakukan yaitu identifikasi fase, perhitungan parameter kisi, dan ukuran kristal. Semua sampel diidentifikasi fasenya dengan cara membandingkan data yang diperoleh dengan JCPDS untuk β -TCP, HA, CAA, dan OCP. Nilai parameter kisi dapat ditentukan dengan menggunakan metode Cohen. Perhitungan ukuran kristal dilakukan dengan menggunakan rumus *Debye-Scherrer*.

Karakterisasi FTIR

Persiapan sampel untuk pengukuran dengan spektrometer FTIR dilakukan dengan mencampurkan 2 mg sampel dan 100 mg KBr kemudian ditekan sehingga membentuk *pellet*. Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR ABB MB 3000 dengan rentang bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} .

Karakterisasi SEM

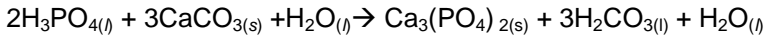
Sampel yang dikarakterisasi menggunakan SEM yaitu sampel β -TCP yang optimum (suhu *sintering* 1200°C). Tujuannya untuk mengetahui sifat morfologi sampel. Sampel serbuk diletakkan pada plat aluminium yang memiliki dua sisi kemudian dilapisi dengan lapisan emas setebal 48 nm untuk memberikan sifat konduktif pada sampel. Sampel yang telah dilapisi dengan lapisan emas diamati menggunakan SEM pada tegangan 22 kV dan perbesaran 5.000x, 10.000x, dan 20.000x.

Karakterisasi PSA

Uji ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan mikroskop *digital* serta pengujian PSA (*particle size analyzer*) di Laboratorium Material Fisika IPB. Sampel diambil dengan ujung sudip dan dilarutkan dengan 8 ml asam asetat kemudian diaduk sampai homogen. Larutan sampel kemudian dimasukkan ke dalam *disposeable plastic cuvet* pipet tetes maksimum 1 tetes. Lalu sampel diukur menggunakan *zeta size nano particle analyzer* dengan 5 kali pengukuran per sampel pada *attenuator* lebar celah yang optimum yaitu sekitar 6-8. Pada sampel yang terlalu keruh maka *attenuator* akan berada di bawah 6, sehingga sampel perlu diencerkan. Sedangkan pada sampel yang terlalu transparan maka *attenuator* akan berada di atas 8, sehingga perlu dilakukan penambahan sampel lebih encer.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis β -TCP dilakukan dengan mereaksikan senyawa kalsium serbuk cangkang kerang *ranga* dan asam fosfat (H_3PO_4). Percobaan dilakukan di udara terbuka yang bertujuan untuk mendapatkan karbon dioksida (CO_2) dari udara untuk mencegah terbentuknya *hydroxyapatite* (HA). Serbuk cangkang kerang *ranga* yang digunakan diperoleh dari perairan kepulauan Riau. Sebelum digunakan, cangkang kerang dibersihkan terlebih dahulu kemudian dipanaskan di atas kayu bakar untuk menghilangkan pigmen warna pada cangkang kerang. Pemanasan dilakukan hingga cangkang kerang berwarna putih dan lapuk. Selanjutnya, cangkang kerang *ranga* ditumbuk hingga halus. Berdasarkan penelitian Balgies (2011), kalsium yang terkandung pada serbuk cangkang kerang *ranga* adalah kalsium karbonat (CaCO_3)⁶. Reaksi sintesis β -TCP dapat dilihat pada persamaan di bawah ini:



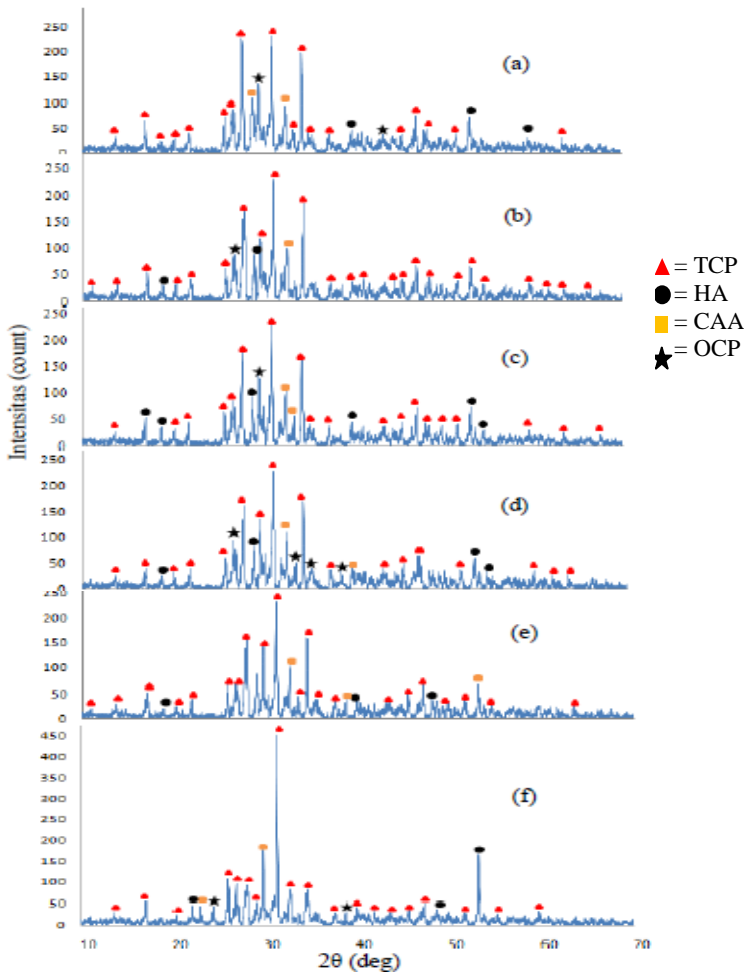
Sampel dibuat dalam 6 variasi suhu *sintering* yaitu 800°C , 900°C , 1000°C , 1100°C , 1200°C , dan 1300°C pada waktu tahan selama 7 jam. Sebelum digunakan untuk sintesis β -TCP serbuk cangkang kerang *ranga* dikeringkan pada suhu 110°C selama 5 jam untuk menghilangkan air yang terdapat dalam serbuk cangkang kerang. Massa yang digunakan pada proses presipitasi sama pada semua sampel yaitu 6,04 gram massa CaCO_3 dan 7,84 gram massa H_3PO_4 . Sampel yang diperoleh berupa serbuk putih. Massa yang diperoleh dari hasil *sintering* lebih kecil dari jumlah massa komponen sintesis karena pada saat presipitasi menghasilkan hasil samping berupa larutan H_2CO_3 . Nilai efisiensi sampel yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 1. Berdasarkan Tabel 1 dapat dilihat bahwa nilai efisiensi rata-rata sampel sebesar 51,29%. Efisiensi sampel maksimum terjadi pada sampel pada suhu *sintering* 1000°C , sedangkan efisiensi sampel minimum terjadi pada sampel pada suhu *sintering* 1300°C .

Tabel 1 Efisiensi sampel

Suhu <i>sintering</i> ($^\circ\text{C}$)	Massa Ca (gram)	Massa H_3PO_4 (gram)	Massa hasil (gram)	Efisiensi (%)
800	6,04	7,84	8,28	59,67
900	6,04	7,84	8,18	58,94
1000	6,04	7,84	8,36	60,24
1100	6,04	7,84	8,07	58,17
1200	6,04	7,84	7,78	56,05
1300	6,04	7,84	2,04	14,67
Efisiensi rata-rata				51,29

Untuk mengidentifikasi fase yang dihasilkan, dilakukan analisis menggunakan XRD. Pola difraksi XRD sampel diperlihatkan pada Gambar 6. Penentuan fase dilakukan dengan membandingkan data sampel terhadap data JCPDS untuk β -TCP, HA, *carbonate apatit tipe-A* (CAA), dan *octacalcium phosphate* (OCP).

Hasil XRD memperlihatkan bahwa setiap sampel didominasi oleh β -TCP. Pola XRD sampel pada suhu *sintering* 800°C (Gambar 2 (a)) terbentuk 4 fase berbeda yang didominasi oleh fase β -TCP dengan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut 2 θ sebesar 27,74°; 31,04°; dan 34,4°. Fase CAA terbentuk pada sudut 2 θ sebesar 28,94° dan 32,5°. Fase HA terbentuk pada sudut 2 θ sebesar 38,84°; 53,02°; dan 59,68°. Fase OCP terbentuk pada sudut 2 θ sebesar 29,6° dan 43,46°.



Gambar 2 Pola difraksi XRD sampel suhu *sintering* 800°C (a), 900°C (b), 1000°C (c), 1100°C (d), 1200°C (e), dan 1300°C (f).

Sampel pada suhu sintering 900°C (Gambar 2 (b)), pola XRD menunjukkan terbentuknya 4 fase berbeda yang didominasi oleh fase β -TCP dengan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ sebesar 27,84°; 31,08°; dan 34,42°. Fase CAA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 32,62°. Fase HA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 18,9° dan 29,88°. Fase OCP terbentuk pada sudut 2θ sebesar 26,72°. Sampel pada suhu sintering 1000oC (Gambar 2 (c)), pola XRD menunjukkan terbentuknya 4 fase berbeda yang didominasi oleh fase β -TCP dengan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ sebesar 27,78°; 31,04°; dan 34,42°. Fase CAA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 32,56° dan 33,46°. Fase HA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 16,96°; 18,8°; 28,94°; 39,86°; 53,02°; dan 54,56°. Fase OCP terbentuk pada sudut 2θ sebesar 29,58°.

Sampel pada suhu sintering 1100°C (Gambar 2 (d)), pola XRD menunjukkan terbentuknya 4 fase berbeda yang didominasi oleh fase β -TCP dengan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ sebesar 27,82°; 31,1°; dan 34,44°. Fase CAA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 32,54° dan 39,88°. Fase HA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 18,84°; 20,02°; 53,02°; dan 54,44°. Fase OCP terbentuk pada sudut 2θ sebesar 26,72°; 35,28°; dan 38,62°. Sampel pada suhu sintering 1200°C (Gambar 2 (e)), pola XRD menunjukkan terbentuknya 3 fase berbeda yang didominasi oleh fase β -TCP dengan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ sebesar 27,78°; 31,06°; dan 34,4°. Fase CAA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 32,58°; 38,62°; dan 53,02°. Fase HA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 18,78°; 39,84°; 48,02°; dan 54,46°. Pada sampel ini tidak terbentuk OCP. Hal ini terjadi karena pemanasan pada suhu tinggi menyebabkan fase OCP bertransisi ke fase β -TCP.

Sampel pada suhu *sintering* 1300°C (Gambar 2 (f)), pola XRD menunjukkan terbentuknya 4 fase berbeda yang didominasi oleh fase β -TCP dengan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut 2θ sebesar 25,8°; 26,64°; dan 31,06°. Fase CAA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 22,8° dan 29,6°. Fase HA terbentuk pada sudut 2θ sebesar 21,9°; 45,5°; 48,6°, dan 53,02°. Fase OCP terbentuk pada sudut 2θ sebesar 24,14° dan 38,58°. Nilai persentase komponen fase setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 3. β -TCP optimum terbentuk pada sampel β -TCP pada suhu *sintering* 1200°C dengan komponen β -TCP sebesar 81,975%, HA sebesar 9,874%, dan CAA sebesar 8,152%.

Tabel 2 Komponen fase sampel

Suhu <i>sintering</i> (°C)	Komponen (%)			
	TCP	HA	CAA	OCP
800	72,26	6,60	11,41	9,73
900	81,30	6,38	5,41	6,92
1000	67,49	17,23	8,31	6,97
1100	67,63	11,31	8,47	12,59
1200	81,98	9,87	8,15	-
1300	69,35	15,06	11,61	3,98

Parameter kisi sampel β -TCP dapat dihitung dengan menggunakan jarak antara bidang pada geometri kristal hexagonal. Hasil perhitungan parameter kisi dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3 Parameter kisi dan persentase ketepatan sampel β -TCP

Suhu <i>sintering</i> (°C)	Parameter kisi		Ketepatan (%)	
	a (Å)	c (Å)	a (Å)	c (Å)
800	10,54	37,81	98,87	98,86
900	10,45	37,44	99,68	99,83
1000	10,52	37,74	99,08	99,03
1100	10,45	37,69	99,68	99,17
1200	10,50	37,77	99,28	98,97
1300	10,52	37,70	99,02	99,15

Berdasarkan hasil perhitungan seperti dapat dilihat pada Tabel 3 parameter kisi sampel berada pada kisaran β -TCP dengan kisaran akurasi parameter kisi a sebesar 98,87%-99,68%, sedangkan kisaran akurasi parameter kisi c sebesar 98,86%-99,83%, sehingga dapat dikatakan fase yang terbentuk adalah fase β -TCP.

Untuk mengetahui ukuran kristal dan derajat kristalinitas sampel dilakukan perhitungan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*. Hasil perhitungan ukuran kristal dan derajat kristalinitas dapat dilihat pada Tabel 4.

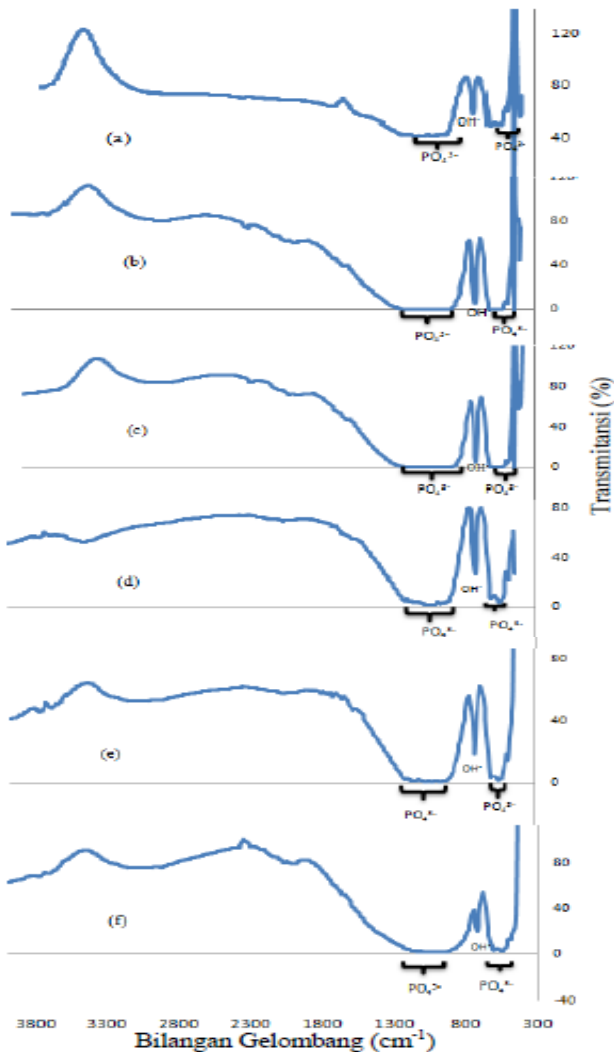
Tabel 4 Ukuran dan derajat kristalinitas sampel

Suhu <i>sintering</i> (°C)	Ukuran kristal (nm)	Derajat kristalinitas (%)
800	69,96	80,72
900	63,45	87,20
1000	62,66	82,89
1100	69,82	90,55
1200	75,94	87,11
1300	61,16	88,51

Ukuran kristal yang didapat berbanding terbalik dengan nilai FWHM sampel. Jika nilai FWHM besar maka ukuran kristalnya kecil. Ukuran kristal sampel rata-rata berkisar antara 61,16-75,94 nm (Tabel 4). Berdasarkan hasil perhitungan derajat kristalinitas yang diperlihatkan pada Tabel 4, besarnya suhu *sintering* berpengaruh pada persentase derajat kristalinitas yang terbentuk. Derajat kristalinitas merupakan besaran yang menyatakan banyaknya kandungan kristal dalam suatu material. Derajat kristalinitas diukur dengan cara membandingkan luas kurva kristal dengan luas kurva amorf. Derajat kristalinitas maksimum terdapat pada sampel pada suhu

sintering 1100°C sebesar 90,55% dan derajat kristalinitas minimum terdapat pada sampel pada suhu *sintering* 800°C sebesar 80,72%.

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD sampel pada 6 variasi suhu *sintering* yaitu 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, dan 1300°C dengan waktu tahan selama 7 jam menunjukkan bahwa fase β -TCP optimum terbentuk pada sampel pada suhu *sintering* 1200°C yaitu sebesar 81,98% dengan efisiensi sampel sebesar 56,05%, ukuran kristal 75,94 nm, dan derajat kristalinitas 87,11%.

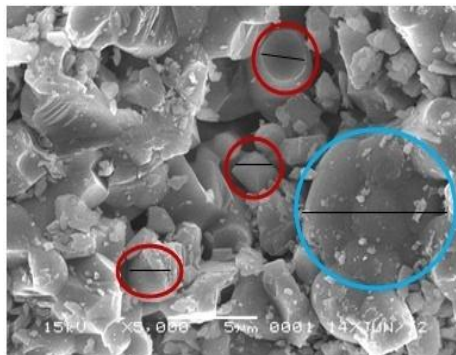


Gambar 3 Spektra FTIR hubungan transmitansi dan bilangan gelombang sampel pada suhu *sintering* (a) 800°C, (b) 900°C, (c) 1000°C, (d) 1100°C, (e) 1200°C, dan (f) 1300°C dengan waktu tahan 7 jam.

Dalam senyawa kalsium fosfat terdapat komponen gugus fungsi OH^- , PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , dan gugus lain. Untuk mengidentifikasi gugus fungsi tersebut dilakukan analisis dengan menggunakan spektroskopi FTIR. Analisis gugus molekul pada spektra FTIR yang terbentuk dari sintesis β -TCP. Gugus fungsi OH^- muncul pada setiap sampel pada bilangan gelombang 732 cm^{-1} dengan nilai transmitansi yang berbeda. Selain gugus fungsi OH^- , pada sampel juga terdapat gugus fungsi PO_4^{3-} . Sampel pada suhu sintering 800°C (Gambar 3 (a)) gugus fungsi PO_4^{3-} tampak pada bilangan gelombang $601\text{--}624\text{ cm}^{-1}$ dan $1002\text{--}1234\text{ cm}^{-1}$. Sampel pada suhu sintering 900°C (Gambar 3 (b)) gugus fungsi PO_4^{3-} tampak pada bilangan gelombang $578\text{--}632\text{ cm}^{-1}$ dan $894\text{--}1342\text{ cm}^{-1}$. Sampel pada suhu sintering 1000°C (Gambar 3 (c)) gugus fungsi PO_4^{3-} tampak pada bilangan gelombang $516\text{--}632\text{ cm}^{-1}$ dan $948\text{--}1326\text{ cm}^{-1}$. Sampel pada suhu sintering 1100°C (Gambar 3 (d)) gugus fungsi PO_4^{3-} tampak pada bilangan gelombang $586\text{--}617\text{ cm}^{-1}$ dan $972\text{--}1257\text{ cm}^{-1}$. Sampel pada suhu sintering 1200°C (Gambar 3 (e)) gugus fungsi PO_4^{3-} tampak pada bilangan gelombang $586\text{--}617\text{ cm}^{-1}$ dan $925\text{--}1257\text{ cm}^{-1}$. Sampel pada suhu sintering 1300°C (Gambar 3 (f)) gugus fungsi PO_4^{3-} tampak pada bilangan gelombang $509\text{--}624\text{ cm}^{-1}$ dan $910\text{--}1226\text{ cm}^{-1}$.

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi sampel. Karakterisasi SEM hanya dilakukan pada sampel β -TCP yang optimum yaitu sampel pada suhu *sintering* 1200°C dengan waktu tahan 7 jam. Dari gambar mikrograf SEM (Gambar 4) dapat dilihat bahwa sudah terbentuk β -TCP dalam bentuk bongkahan besar dengan ukuran rata-rata sekitar $8,06\text{ }\mu\text{m}$ dan bongkahan kecil dengan ukuran rata-rata sekitar $2,87\text{ }\mu\text{m}$. Bongkahan tersebut tersusun menjadi sebuah agregat kasar.

Karakterisasi PSA hanya dilakukan pada sampel β -TCP yang optimum yaitu sampel dengan suhu *sintering* 1200°C dengan waktu tahan 7 jam. Untuk mengetahui ukuran partikel sampel β -TCP ini digunakan analisis pendekatan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) tipe vasco. Sebelum dilakukan karakterisasi PSA, sampel β -TCP harus dilarutkan dengan asam asetat 95%. Data ukuran partikel yang didapat berupa tiga distribusi yaitu *intensity*, *volume*, dan *number*. Sampel β -TCP pada suhu sintering 1200°C memiliki ukuran partikel sebesar $693,65\text{ nm}$.



Gambar 4 Mikrograf sampel β -TCP optimum pada suhu *sintering* 1200°C

SIMPULAN

β -tricalcium phosphate (β -TCP) sebagai salah satu biomaterial pengganti tulang dapat dibuat dari bahan alami. Cangkang kerang *ranga* yang banyak mengandung kalsium dapat menjadi *precursor* dalam pembuatan β -TCP. Pembuatan β -TCP berbasis cangkang kerang *ranga* dapat diperoleh dengan mereaksikan kalsium dari cangkang kerang *ranga* dengan H_3PO_4 dengan metode presipitasi pada suhu $80^\circ C$. Dari hasil karakterisasi XRD terlihat bahwa masing-masing sampel mayoritas ada dalam bentuk β -TCP meskipun masih ada fase lain seperti HA, CAA, dan OCP dengan intensitas yang lebih kecil dari intensitas β -TCP. Sintesis β -TCP pada variasi suhu *sintering* ($800^\circ C$, $900^\circ C$, $1000^\circ C$, $1100^\circ C$, $1200^\circ C$, dan $1300^\circ C$) maksimum terbentuk pada sampel pada suhu *sintering* $1200^\circ C$ selama 7 jam yaitu sebesar 81,98% dan derajat kristalinitasnya 87,11%.

Dari hasil analisis gugus molekul pada spektra FTIR, gugus OH⁻ muncul pada setiap sampel β -TCP pada bilangan gelombang 732 cm^{-1} dengan nilai transmitansi yang berbeda. Intensitas spektrum inframerah bergantung pada kenaikan suhu *sintering*. Suhu *sintering* yang tinggi mengakibatkan nilai transmitansi yang tinggi juga. Selain gugus fungsi OH⁻, pada setiap sampel β -TCP juga terdapat gugus fungsi PO_4^{3-} yang muncul pada rentang bilangan gelombang $516\text{-}632\text{ cm}^{-1}$ dan $894\text{-}1342\text{ cm}^{-1}$. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa sudah terbentuk β -TCP dalam bentuk bongkahan besar dengan ukuran rata-rata $8,06\text{ }\mu\text{m}$ dan bongkahan kecil dengan ukuran rata-rata $2,87\text{ }\mu\text{m}$. Bongkahan tersebut tersusun menjadi sebuah agregat kasar. Sampel β -TCP optimum memiliki ukuran partikel rata-rata sebesar $693,65\text{ nm}$ yang diukur dengan menggunakan perangkat PSA.

DAFTAR PUSTAKA

1. Yanty NM. *Analisis faktor-faktor yang mempengaruhi pelaksanaan ambulasi dini pasien paska operasi fraktur ekstremitas bawah di rindu B3 RSUP.H.Adam Malik Medan* [Skripsi]. Medan: Universitas Sumatera Utara; 2009.
2. Darwis D. *Aplikasi teknik isotop dan radiasi pada pembuatan biomaterial untuk keperluan klinis*. 2008. [terbitan berkala] <http://nhc.batan.go.id/darmawan2.php> [16 Februari 2012].
3. Nurmawati M. *Analisis derajat kristalinitas, ukuran kristal dan bentuk partikel mineral tulang manusia berdasarkan variasi umur dan jenis tulang* [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor, IPB; 2007
4. Krishna DSR, Siddharthan A, Seshadri SK, Kumar TSS. *A novel route for synthesis of nanocrystalline hydroxyapatit from eggshell waste*. *Material Medicine* 2007; 18:1735-1743.
5. Asmawati. *Kajian morfologi proses persembuhan kerusakan segmental pada tulang domba yang diimplan dengan komposit hidroksiapatit-*

- trikalsium fosfat (HA-TKF)* [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor, IPB; 2011.
6. Balgies. *Sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit dari cangkang kerang ranga* [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor, IPB; 2011