



SINTESIS DAN KARAKTERISASI β -TCP (TRI CALCIUM PHOSPHATE) DARI BATU KAPUR DENGAN METODE HIDROTERMAL

Sonita Br Sembiring dan Makmur Sirait

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Medan, Indonesia

sonitadepari09@gmail.com

Diterima: Agustus 2023. Disetujui: September 2023. Dipublikasikan: Oktober 2023.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil sintesis serbuk β -Tri Calcium Phosphate (β -TCP), menentukan gugus fungsi, struktur kristal, morfologi serta ketahanan maksimum serbuk β -TCP dari batu kapur dengan metode hidrotermal. Sintesis β -TCP dari batu kapur diawali dengan penggerusan batu kapur kemudian diayak dan di ballmill. Batu kapur yang telah di ballmill dicuci dengan aquades, lalu di furnace selama 4 jam pada suhu 950°C sehingga menghasilkan CaO. Selanjutnya, CaO diproses menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ diproses menjadi β -TCP dengan melarutkan sebanyak 30 gram $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kedalam 50 mL etanol dan mencampurkan asam fosfat sebanyak 15,72 mL kedalam 50 mL etanol. Selanjutnya, teteskan larutan asam fosfat dalam etanol ke larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dalam etanol lalu dipanaskan pada suhu 60°C dengan kecepatan putaran 500 rpm selama 3 jam. Campuran kemudian didiamkan selama 24 jam. Selanjutnya, campuran disaring dan endapan dikeringkan di dalam oven selama 1 jam dengan suhu 100°C , kemudian di furnace pada suhu 800°C selama 2 jam. Hasil karakterisasi XRD β -TCP menunjukkan puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ adalah $26,64^{\circ}$, $30,25^{\circ}$, $31,80^{\circ}$, dan $32,92^{\circ}$, dengan struktur kristal hexagonal. Pada karakterisasi SEM-EDX dilihat pada permukaan lapisan powder ini sebaran partikel kurang merata dan hanya terdapat sedikit bongkahan. Pitapita pada karakterisasi FTIR tersebut menyatakan kehadiran senyawa kalsium fosfat. β TCP memiliki nilai hardness tester rata-rata 22,54 HRD.

Kata Kunci: Batu Kapur, β -Tri Calcium Phosphate (β -TCP), CaO, Hidrotermal

ABSTRACT

This study aims to determine the results of the synthesis of β -Tri Calcium Phosphate (β -TCP) powder, determine the functional groups, crystal structure, morphology and maximum resistance of β -TCP powder from limestone by hydrothermal method. Synthesis of β -TCP from limestone begins with grinding limestone then sieved and ballmill. Limestone that has been in the ballmill is washed with distilled water, then in the furnace for 4 hours at a temperature of 950°C to produce CaO. Next, CaO is processed into $\text{Ca}(\text{OH})_2$ and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ is processed into β -TCP by dissolving 30 grams of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ into 50 mL of ethanol and mixing 15.72 mL of phosphoric acid into 50 mL of ethanol. Next, drip the phosphoric acid solution in ethanol to the $\text{Ca}(\text{OH})_2$ solution in ethanol and then heated at 60°C with a rotation speed of 500 rpm for 3 hours. The mixture was then allowed to stand for 24 hours. Next, the mixture was filtered and the precipitate was dried in the oven for 1 hour at 100°C , then in

the furnace at 8000C for 2 hours. The results of XRD characterisation of β -TCP showed diffraction peaks at 2θ angles of 26.64° , 30.25° , 31.80° , and 32.92° , with a hexagonal crystal structure. SEM-EDX characterisation showed that on the surface of the powder coating, the particle distribution was uneven and there were only a few chunks. The FTIR characterisation showed the presence of calcium phosphate compounds. β TCP has an average hardness tester value of 22.54 HRD.

Keywords: Limestone, β -Tri Calcium Phosphate (β -TCP), CaO, Hydrothermal

PENDAHULUAN

Batu gamping merupakan aset mineral yang melimpah di Indonesia, jumlahnya diperkirakan sekitar 2.160 miliar ton. Endapannya tersebut tersebar di berbagai pulau seperti Sumatera, Jawa, Nusa Tenggara, Sulawesi, Irian Jaya, dan berbagai pulau lainnya. Batu kapur dan produknya telah umum digunakan dalam berbagai industri sebagai zat tambahan dalam industri pemurnian logam, baik besi dan non-besi dan bisnis kaca (*glass*); pengendap ion-ion logam dalam pengolahan limbah cair, bahan graft tulang, penetral gas sulfur oksida (SO_x) dan nitrogen oksida (NO_x), dll. (Aziz 2010).

Batu kapur sebagian besar merupakan batuan sedimen alami yang terbentuk dari akumulasi cangkang, karang, tumbuhan hijau, dan sisa bagian makhluk hidup. Batu kapur juga dapat berupa zat batuan sedimen yang dibentuk oleh pernyataan kalsium karbonat dari air danau atau air laut. $CaCO_3$ dapat diekstraksi oleh pertambangan atau kimia disintesis di laboratorium dan secara luas digunakan untuk berbagai implan tulang (Wahyudi et al. 2019).

Batu kapur merupakan mineral anorganik dengan penyusun utamanya adalah kalsium. Kandungan kalsium karbonat ($CaCO_3$) pada batu kapur sekitar 95% dan kandungan kalsium karbonat pada batu kapur dapat dimurnikan untuk mendapatkan kalsium (Sirait et al. 2020).

Biomaterial adalah suatu bahan sintesis yang dapat diimplan ke dalam sistem hidup sebagai pengganti kapasitas jaringan atau organ hidup. Saat ini kebutuhan akan biomaterial sangat tinggi dan berdampak luas, khususnya di bidang pengobatan otot, misalnya untuk

perbaikan tulang, baik dalam perawatan tulang yang retak maupun patah. Material yang digunakan dalam pengobatan tersebut harus bersifat bioaktif, biokompatibel, dan tidak beracun (Noviyanti et al. 2017).

Pemanfaatan biomaterial ini berarti memperbaiki, membangun kembali atau menggantikan jaringan yang rusak. Biomaterial tergantung pada jenis materialnya, dapat berupa logam, polimer, keramik, dan komposit. Setiap jenis biomaterial memiliki berbagai sifat yang ditunjukkan oleh kapasitas atau kegunaannya. Jenis biokeramik, misalnya, hidroksiapatit (HA) dan tri-kalsium fosfat (TCP), umumnya diterapkan pada tulang sebagai implan (Anjarsari et al. 2016).

Hidroksiapatit $Ca_{10}(PO_4)_4(OH)_2$ adalah biomaterial yang digunakan dalam implan tulang cangkang tulang untuk memperbaiki jaringan yang rusak dan tulang yang patah. Hidroksiapatit (HAp) memiliki sifat biokompatibel dan osteokitifproperti (Sirait et al. 2021).

Biokeramik, khususnya gugus kalsium fosfat, secara umum telah digunakan pada bidang ortopedi dan kedokteran gigi sebagai pengganti tulang (*bone substitute*). Bahan biokeramik kalsium fosfat yang paling umum digunakan adalah tri-kalsium fosfat (TCP), dengan rumus kimia $Ca_3(PO_4)_2$ (Purwiandono, Julita, and Saputra 2018).

Tri Calcium Phosphate (TCP) dengan rumus kimia $Ca_3(PO_4)_2$, merupakan salah satu keramik kalsium fosfat bioaktif yang sering digunakan untuk implan tulang atau gigi, karena bersifat resorbable. TCP memiliki beberapa struktur polimorfik, termasuk α -TCP, β -TCP, dll. β -TCP banyak digunakan secara luas mengingat fakta bahwa ia memiliki kestabilan kimia, kekuatan mekanik yang

tinggi dan bioresorpsi yang lebih baik. β -TCP menikmati manfaat yang lebih baik daripada struktur TCP polimorfik lainnya. Bahan ini telah diterapkan secara luas dalam bidang ortopedi (rekonstruksi tulang) dan gigi termasuk peningkatan alveolar, elevasi sinus dan rekonstruksi sinus (Anjarsari et al. 2016).

Biokeramik kalsium fosfat disiapkan dengan beberapa strategi, khususnya teknik presipitasi dalam kondisi stabil, reaksi solid state pada temperatur tinggi dan metoda hidrotermal (Utami, Arief, and Jamarun 2011). Untuk teknik hidrotermal umumnya menghasilkan material dengan kristalinitas tinggi dan proporsi Ca/P mendekati nilai stoikiometrik (Han et al. 2006).

Beberapa penelitian sebelumnya meneliti pembuatan hidroksiapatit menggunakan bahan alami sumber kalsium seperti kulit kerang dan kulit telur, tetapi mereka ketersediaannya terbatas. Oleh karena itu, sintesis HAp oleh memanfaatkan sumber yang melimpah di bumi sangat penting. Batu kapur, salah satunya mineral paling melimpah di bumi, memiliki kalsium tinggi sekitar 40,04 % (Sinulingga et al. 2021).

Manfaat lain dari metode hidrotermal adalah bahwa kemurnian serbuk menghasilkan kualitas yang lebih baik dari sebelumnya, karena dengan bantuan uap panas dan faktor tekanan yang tinggi dari campuran atau komponen yang berbeda yang tidak dapat dilenyapkan pada pemanasan suhu tinggi (Suchanek and Riman 1988).

Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan (Erizal 2008) telah disintesis dan karakterisasi Tri Calcium Phosphate (TCP) untuk graft tulang, sintesis komposit terdiri dari tahapan pembentukan hidroksiapatit (HA), hasil evaluasi menunjukkan bahwa kandungan Ca/p dalam TCP adalah 2,23 dan pada pengujian spektrum FTIR diperoleh informasi bahwa sintering pada suhu $\geq 750^{\circ}\text{C}$ dapat merubah HA menjadi TCP.

Pada penelitian (Wirata, Sudimartii, and Gunawan 2016) telah melakukan pembuatan *scaffold tri calcium phosphate* berpori menggunakan metode protein foaming-consolidation. Dari penelitian tersebut

dihasilkan, suhu pengeringan yang lebih tinggi menghasilkan laju penyusutan yang kecil, porositas yang besar, densitas yang kecil, kekerasan yang kecil.

Semakin lama waktu sintering semakin banyak pula β -trikalsium fosfat yang dihasilkan. Sintering selama 9,5 jam menghasilkan 89% β -trikalsium fosfat dengan derajat kristalinitas sekitar 86% (Dahlan and Dewi 2013).

METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan pada sintesis dan karakterisasi β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari batu kapur adalah metode hidrotermal.

Sintesis β -TCP (Tri Calcium Phosphate)

Sintesis β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari batu kapur diawali dengan penggerusan batu kapur kemudian diayak 200 mesh dan di ballmill. Batu kapur 500 gram yang telah di ball mill dicuci dengan aquades 200 mL, lalu di furnace selama 4 jam pada suhu 950°C sehingga menghasilkan CaO. Selanjutnya, serbuk batu kapur (CaO) diproses menjadi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dengan cara menambahkan 100 gram CaO ke dalam 1 L aquades dan diaduk dengan magnetic stirrer lalu disaring dan dikeringkan. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ diproses menjadi β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dengan melarutkan sebanyak 30 gram $\text{Ca}(\text{OH})_2$ kedalam 50 mL etanol pada gelas kimia 500 mL dan mencampurkan asam fosfat sebanyak 15,72 mL kedalam etanol 50 mL. Selanjutnya, teteskan sebanyak 3 mL setiap 2 menit larutan asam fosfat dalam etanol ke dalam larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dalam etanol disertai pengadukan dan pemanasan pada suhu 60°C dengan kecepatan putaran 500 rpm selama 3 jam. Campuran kemudian didiamkan pada suhu kamar selama 24 jam. Selanjutnya, campuran disaring dan endapan dikeringkan di dalam oven selama 1 jam dengan suhu 100°C , kemudian di furnace pada suhu 800°C selama 2 jam.

Sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) yang terbentuk kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan uji XRD (X-Ray Diffraction) untuk mengetahui struktur kristal

yang terbentuk, uji FTIR (Fourier Transform Infra Red) untuk mengetahui gugus fungsi, uji SEM-EDX (Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray) untuk mengetahui morfologi sampel, serta uji kekerasan untuk mengetahui ketahanan maksimum sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

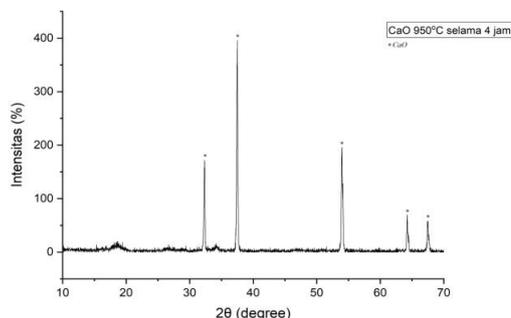
Hasil



Gambar 1. Hasil sintesis β -Tri Calcium Phosphate dari Batu Kapur

Analisa XRD (*X-Ray Diffraction*) CaO

Difraksi sinar-X adalah metode analisa yang menggunakan interaksi antara sinar-x dengan atom yang tersusun dalam sebuah sistem kristal. Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kristalinitas hasil sintesis berdasarkan 2θ dan intensitas spektra yang diperoleh. Selanjutnya, hasil analisa XRD dibandingkan dengan data JCPDS untuk mengetahui tingkat kemiripan hasil sintesis dengan senyawa standar yang sudah diketahui.



Gambar 2. Grafik pola difraksi sinar X pada CaO

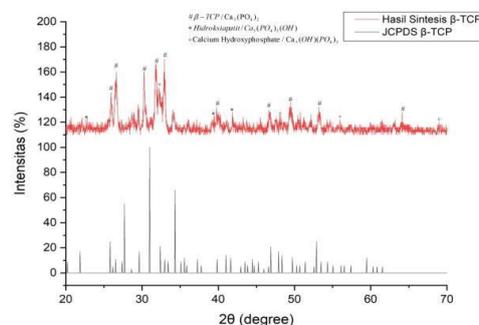
Dari gambar pola difraksi dan tabel diatas pola XRD sampel CaO pada suhu sintering 950 C selama 4 jam, memiliki

karakteristik yang kuat di 2θ pada $32,3^{\circ}$, $37,4^{\circ}$, $64,2$, dan $67,4^{\circ}$ dengan struktur kristal adalah cubic.

Tabel 1. Perbandingan hasil sintesis CaO dengan data JCPDS CaO

Hasil Sintesis			JCPDS CaO		
2θ	d	I(%)	2θ	d	I(%)
32.3°	2,77	40	32.3°	2,75	40
37.4°	2,39	100	37.3°	2,38	100
53.9°	1,69	57	58.3°	1,69	57
64.2°	1,44	18	64.1°	1,44	18
67.4°	1,38	17	67.3°	1,38	17

Analisa XRD (*X-Ray Diffraction*) β -Tri Calcium Phosphate



Gambar 3. Gambar pola difraksi sinar X pada sintesis β -Tri Calcium Phosphate dari Batu Kapur

Sampel yang telah di furnance pada suhu 800°C selama 2 jam menghasilkan spektrum XRD β -Tri Calcium Phosphate dari batu kapur yang ditunjukkan pada gambar 3 Difraktogram hasil sintesis pada gambar 3 menunjukkan karakteristik puncak yang mirip dengan JCPDS β -TCP (tricalcium phosphate) no. 09-0169 seperti tersaji pada tabel 3, dan struktur kristal β -TCP (tricalcium phosphate) adalah hexagonal.

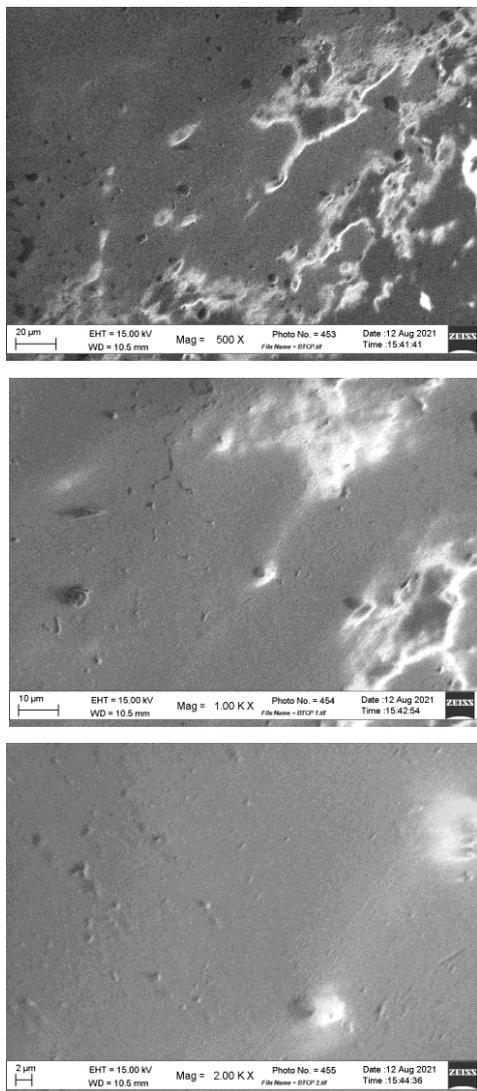
Tabel 2. Perbandingan hasil sintesis dengan data JCPDS β -TCP

Hasil Sintesis			JCPDS β -TCP		
2θ	d	I(%)	2θ	d	I(%)
26.64°	3,34	71	26.53°	3,52	11
30.25°	2,95	100	30.99°	2,95	100
31.80°	2,81	91	31.41°	2,88	21
32.92°	2,71	88	32.96°	2,60	11

Berdasarkan data pada Tabel 2 hasil sintesis memiliki kemiripan dengan data JCPDS β -TCP karena tiga puncak tertinggi

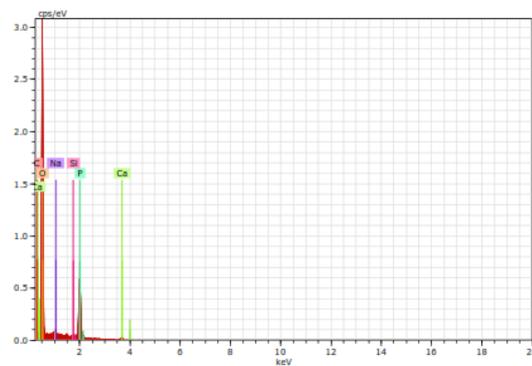
yang dihasilkan sesuai dengan nilai 2θ β -TCP. Ketiga puncak dengan intensitas tertinggi tersebut adalah $30,25^\circ$ dengan intensitas 100, $31,80^\circ$ dengan intensitas 91, $32,92^\circ$ dengan intensitas 88. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil sintesis yang diperoleh menunjukkan adanya β -Tri kalsium Fosfat (β -TCP). Namun demikian, berdasarkan difraktogram XRD juga menunjukkan adanya noise. Hal ini mungkin disebabkan karena masih adanya CaO atau H_3PO_4 yang belum bereaksi.

Analisis Mikrograf Sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dengan Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)-Energy Dispersive X-Ray (EDX)



Gambar 4. Mikrograf Citra SEM sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari $CaCO_3$ atau batu kapur dengan suhu kalsinasi $800^\circ C$ selama 2 jam.

Terlihat pada Gambar 4 gambar SEM dengan perbesaran $500\times$, $1000\times$, $2000\times$ dari sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari $CaCO_3$ atau batu kapur dengan suhu kalsinasi $800^\circ C$ selama 2 jam terlihat unsur β -TCP $Ca_3(PO_4)_2$ dengan distribusi ukuran partikel diamati pada kisaran $20 \mu m$ pada perbesaran $500\times$, $10 \mu m$ pada perbesaran $1000\times$, dan $2 \mu m$ pada perbesaran $2000\times$. Dapat dilihat pada permukaan lapisan *powder* ini sebaran partikel kurang merata dan hanya terdapat sedikit bongkahan. Adanya sedikit bongkahan pada permukaan lapisan powder ini disebabkan oleh masih adanya partikel yang tidak homogen sehingga pada proses pemanasan terjadi penggumpalan.



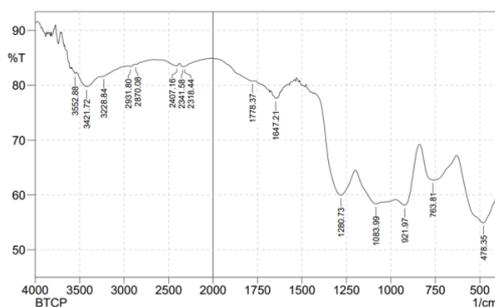
Gambar 5. Komposisi sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dengan EDX

Selanjutnya, dengan menggunakan fasilitas EDX (Energy Dispersive X-Ray) diketahui komposisi dari sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate). Pada tabel dapat dilihat bahwa sampel yang dikalsinasi $800^\circ C$ selama 2 jam memiliki unsur-unsur O, P, Na, Si, Ca, C.

Tabel 3. Komposisi sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari $CaCO_3$

Element	Unn. C [wt.%]	Norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 sigma) [wt.%]
O	67.83	83.07	89.97	8.56
P	10.36	12.68	7.10	0.45
Na	2.46	3.01	2.27	0.22
Si	0.58	0.71	0.44	0.07
Ca	0.43	0.52	0.23	0.06
C	0.00	0.00	0.00	0.00
Total:	81.66	100.00	100.00	

Hasil Analisis FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) β -TCP (*Tri Calcium Phosphate*) dari batu kapur



Gambar 6. Spektrum FT-IR powder β -TCP (*Tri Calcium Phosphate*) dari batu kapur

Komposisi molekul yang tersusun pada senyawa β -TCP (*Tri Calcium Phosphate*) dari batu kapur diidentifikasi dari spektra FTIR (gambar 4.5) Pada spektra FTIR yang dihasilkan dapat dilihat bahwa gugus OH terdapat pada puncak pita pada bilangan gelombang 3552.88 cm^{-1} sampai 3228.84 cm^{-1} , gugus PO_4^{3-} pita pada garis bilangan 1280.73 cm^{-1} sampai dengan 478.35 cm^{-1} . Puncak pada pita bilangan gelombang 1200 cm^{-1} sampai dengan 500 cm^{-1} menunjukkan pita transmitansi untuk PO_4^{3-} pada $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ sebagai karakteristik β -TCP (*Tri Calcium Phosphate*). Pita-pita tersebut menyatakan kehadiran senyawa kalsium fosfat hasil ini memperkuat identifikasi struktur kristal dengan XRD.

Analisis Hasil *Hardness tester*

Tabel 4. Data Hasil Pengujian Hardness / Hardness Rockwell Skala D

Sampel	Pengujian	Hardness Rockwell D (HRD)
β -Tri Calcium Phosphate	1	21,62
	2	23,06
	3	22,95

Hasil β -TCP (*Tri Calcium Phosphate*) dengan suhu sintering 2 jam dengan diameter sampel sebesar 0,5 cm. Pengujian ini menggunakan alat uji hardnes rockwell. Indentor yang digunakan pada saat pengujian adalah intan. Pengambilan data pada specimen dilakukan di 3 titik yang berbeda-beda. Pada pengujian kekerasan sampel β -TCP (*Tri*

Calcium Phosphate) didapat kekerasan rata-rata sampel adalah 22,54 HRD.

Pembahasan

Pada penelitian (Noviyanti, Jasruddin, and Sujiono 2013) munculnya fase oksida dari kalsium dikarenakan pada suhu 750 $^{\circ}\text{C}$ $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ mengalami dekomposisi akibat energi panas dan membentuk CaO . Berdasarkan referensi dari para peneliti disebutkan bahwa CaO seringkali dihasilkan melalui kalsinasi $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ secara langsung dengan suhu tinggi.

Menurut (Ratnasari et al. 2021) Setelah melalui proses kalsinasi, terlihat bahwa fasa kristalin β -TCP telah terbentuk pada suhu 800 $^{\circ}\text{C}$. Hal ini ditunjukkan adanya puncak-puncak difraksi yang mirip dengan data JCPDS β -TCP.

Mikrograf SEM representatif nanopartikel β -TCP diaglomerasi dan menunjukkan morfologi yang tidak teratur. Kisaran ukuran partikel adalah 500–1500nm. Pita-pita ini bisa muncul karena faktor pemisahan grup dari mode vibrasi dasar yang cocok dengan P-O simetris vibrasi regangan ion fosfat. (Alrefeai et al. 2021).

Identifikasi gugus fungsi senyawa β -tricalcium phosphate telah dilakukan peneliti diantaranya menggunakan metode sol-gel. Hasil Fourier Transform Infra Red menunjukkan bahwa terdapat gugus fosfat (PO_4^{3-}) pada bilangan gelombang 1030 dan 573.19 cm^{-1} sebagai karakteristik β -tricalcium phosphate. Gugus fungsi etanol (CH_3) bending pada bilangan gelombang 1385.09 cm^{-1} dan dan gugus NO_3^- pada bilangan gelombang 757.89 cm^{-1} . Identifikasi gugus fungsi senyawa hydroxyapatite juga telah dilakukan peneliti diantaranya menggunakan metode basah. Hasil fourier transform infra red menunjukkan bahwa terdapat gugus OH pada puncak bilangan gelombang 3450 cm^{-1} . Gugus CO_3^{2-} pada bilangan gelombang 1421 cm^{-1} . Gugus PO_4^{3-} pada bilangan gelombang 1035 cm^{-1} yang merupakan karakteristik stretching mode dan bilangan gelombang 603 dan 565 cm^{-1} yang merupakan karakteristik bending mode (Avivah 2014).

Hasil analisa uji kekerasan dilakukan pengukuran menggunakan Hardness Tester, maka berdasarkan hasil yang diperoleh nilai uji kuat tekan yang berbeda-beda untuk ketiga sampel dengan lama waktu tahan sintering yang berbeda, pada hasil yang didapat nilai yang paling tinggi ditunjukkan pada variasi waktu 5 jam, dapat diketahui bahwa lama waktu sintering mempengaruhi sifat mekanik sampel dimana nilai Hardness tester sampel akan meningkat sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Sampel 4 dan 5 jam mempunyai batas optimal penggabungan antar partikel sehingga partikel akan semakin padat dan kuat, sedangkan pada sampel 6 jam memberikan nilai hardness tester yang paling kecil, karena sampel mengalami difusi yang terjadi tidak optimal sehingga semakin besar ukuran partikel maka akan semakin mengalami kerapuh atau melemah sifat mekaniknya (Anggresani et al. 2020).

KESIMPULAN DAN SARAN

Telah berhasil dibuat sintesis β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari batu kapur dengan metode hidrotermal dengan suhu 800° C Selama 2 jam. Hasil sintesis yang diperoleh menunjukkan adanya β -Trikalsium Fosfat (β -TCP). Dengan ukuran kristal pada β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dari batu dihitung menggunakan persamaan Scherrer, yaitu 40,5 nm. Pada permukaan lapisan powder ini sebaran partikel kurang merata dan hanya terdapat sedikit bongkahan. Unsur pada sampel terdapat O, P, Na, Si, Ca, C.

Karakterisasi FTIR, dapat dilihat bahwa gugus OH terdapat pada puncak pita pada bilangan gelombang 3552.88 cm^{-1} sampai 3228.84 cm^{-1} , gugus PO_4^{3-} pita pada garis bilangan 1280.73 cm^{-1} sampai dengan 478.35 cm^{-1} . Puncak pada pita bilangan gelombang 1200 cm^{-1} sampai dengan 500 cm^{-1} menunjukkan pita transmitansi untuk PO_4^{3-} pada $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ sebagai karakteristik β -TCP (Tri Calcium Phosphate).

Pada pengujian kekerasan sampel β -TCP (Tri Calcium Phosphate) dengan suhu

sintering 2 jam didapat kekerasan rata-rata sampel adalah 22,54 HRD.

Untuk penelitian selanjutnya pada saat pencampuran asam fosfat dalam etanol serta pencampuran $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dalam etanol dilakukan pengadukan lebih lama agar campuran dapat tercampur dengan rata.

DAFTAR PUSTAKA

- Alrefeai, Mohammad H., Eman M. Alhamdan, Samar Al-Saleh, Abdulaziz S. Alqahtani, Mohammad Q. Al-Rifaiy, Ibraheem F. Alshiddi, Imran Farooq, Fahim Vohra, and Tariq Abduljabbar. 2021. "Application of β - Tricalcium Phosphate in Adhesive Dentin Bonding." *Polymer* 13(17).
- Anggresani, Lia, Rizka Afrina, Armini Hadriyati, Rahmadevi, and Mukhlis Sanuddin. 2020. "Pengaruh Variasi Waktu Tahan Sintering Terhadap Hidroksiapatit Berpori Dari Tulang Ikan Tenggiri (*Scomberomorus Guttatus*)." 5(1):54–63.
- Anjarsari, Kiagus Dahlan, Pipih Suptijah, and Tetty Kemala. 2016. "Sintesis Dan Karakterisasi Biokomposit BCP/Kolagen Sebagai Material Perancah Tulang." *Jphpi* 19(3) : 356–61.
- Avivah, Lia Nur. 2014. "Optimasi Pembuatan β -Tricalcium Phosphate Berbasis Cangkang Telur Ayam Ras Dengan Variasi Molaritas." Skripsi 1(hal 140):43.
- Aziz, M. 2010. "Batu Kapur Dan Peningkatan Nilai Tambah Serta Spesifikasi Untuk Industri." *Jurnal Teknologi Mineral Dan Batubara* 3(6):116–31.
- Dahlan, Kiagus, and Setia Utami Dewi. 2013. "Pengaruh Sintering Dan Penambahan Senyawa Karbonat Pada Sintesis Senyawa Kalsium Fosfat." 153–58.
- Erizal. 2008. "Sintesis Dan Karakterisasi Tricalcium Fosfat Untuk Graft Tulang." 163–69.
- Han, Jae Kil, Ho Yeon Song, Fumio Saito, and Byong Taek Lee. 2006. "Synthesis of High Purity Nano-Sized Hydroxyapatite

- Powder by Microwave-drothermal Method.” *Materials Chemistry and Physics* 99(2-3):235-39
- Noviyanti, Atiek Rostika, Haryono, Rinal Pandu, and Diana Rakhmawaty Eddy. 2017. “Cangkang Telur Ayam Sebagai Sumber Kalsium Dalam Pembuatan Hidroksiapatit Untuk Aplikasi Graft Tulang.” *Chimica et Natura Acta* 5(3):107-11.
- Noviyanti, Jasruddin, and Eko Hadi Sujiono. 2013. “Karakterisasi Kalsium Karbonat (Ca(Co3)) Dari Batu Kapur Kelurahan Tellu Limpoe Kecamatan Suppa.” 169-72.
- Purwiandono, Gani, Hera Julita, and Dita Adi Saputra. 2018. “Pengaruh Variasi HA-TCP (Hydroxy Apatit-Tricalcium Pospat) Terhadap Biokomposit (HA:TCP)-Gelatin- CMC Sebagai Injectable Bone Substitute (IBS).” *Chemical* 4(1):24-30.
- Ratnasari, Ayu, Ayu Ratnasari, Naili Sofiyarningsih, Muhammad Syaifun Nizar, and Balai Besar Keramik. 2021. “Sintesis β - TCP Dengan Metode Presipitas Basah Dari Bahan Kapur Alam.”
- Sinulingga, Karya, Makmur Sirait, Nurdin Siregar, and Hairus Abdullah. 2021. “Synthesis and Characterizations of Natural Limestone-Derived Nano-Hydroxyapatite (HAp): A Comparison Study of Different Metals Doped HAp on Antibacterial Activity.” *RSC Advances* 11(26):15896-904.
- Sirait, M., K. Sinulingga, N. Siregar, and R. S. D. Siregar. 2020. “Synthesis of Hydroxyapatite from Limestone by Using Precipitation Method.” *Journal of Physics: Conference Series* 1462(1).
- Sirait, Makmur, Karya Sinulingga, Nurdin Siregar, Dewi Fitri, and Samuel T. W. Padang. 2021. “Thermal and Mechanical Properties a Membrane of the Mixing PVA Nanocomposite and Limestone Hydroxyapatite.” *Journal of Physics: Conference Series*.
- Suchanek, Wojciech L., and Richard E. Riman. 1988. “Hydrothermal Synthesis of Advanced Ceramic Powders.” *American Ceramic Society Bulletin* 67(10):1673-78.
- Utami, Lisa, Syukri Arief, and Novesar Jamarun. 2011. “Pengaruh Kondisi Kalsinasi Pada Sintesis Senyawa Hydroxyapatit.” 2(1).
- Wahyudi, Tri Cahyo, Irza Sukmana, Shirley Savetlana, Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Lampung, Jalan Profesor, and Soemantri Brojonegoro. 2019. “Potensi Pengembangan Material Implan Tulang Hidroksiapatit Berbasis Bahan Alam Lokal.” 2019:3-7.
- Wirata, I. W., L. M. Sudimartii, and I. W. N. F. Gunawan. 2016. “Bahan Cangkok Demineralized Freeze-Dried Bovine Bone Xenograft (DFDBBX) Dan Hydroxapatite Bovine Bone Xenograft (HA-BBX).” Universitas Udayana.