

KARAKTERISTIK *X-Ray Fluorescence* BIOMATERIAL KALSIMUM SILIKO FOSFAT

Made Vivi Oviantari¹, Gede Agus Beni Widana^{2,*}

^{1,2}Jurusan Analis Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Pendidikan Ganesha
Singaraja, Indonesia

Abstrak

e-mail: oviantari@gmail.com, beniundiksha@gmail.com

Kebutuhan biorestoratif material untuk tulang dan gigi semakin meningkat untuk semua kalangan dengan harga yang lebih murah dan kualitas yang semakin baik. Sementara itu ketersediaan bahan baku material anorganik dari deposit mineral untuk biomaterial semakin terbatas. Penelitian pengembangan biomaterial anorganik terbaru menjadi perhatian besar tidak saja para ahli kimia material, tetapi juga ahli medis restoratif tulang dan gigi. Salah satu yang menjadi perhatian adalah penggunaan limbah tulang sapi sebagai prekursor kalsium posfat dan abu sekam padi sebagai sumber silika amorph. Pemanfaatan lanjutan dari silika amorph abu sekam padi dan kalsium posfat dari limbah tulang sapi menjadi senyawa baru kalsium silikoposfat sangat potensial sebagai salah satu biomaterial atau bioglass restoratif secara klinik seperti implan atau bahan tambal gigi. Karakteristik komposisi spesifik kalsium silikoposfat hasil sintesis yang terdiri atas unsur-unsur kalsium (Ca), silika (Si), dan posfor (P) dapat diketahui dengan memanfaatkan energi spesifik fluoresensi masing-masing unsur tersebut dengan memanfaatkan serapan energi oleh radiasi sinar-X. Data penelitian menyebutkan bahwa semua sampel hasil analisis menunjukkan adanya unsur-unsur kalsium, silika dan posfor.

Kata kunci : kalsium silikoposfat, *X-ray Fluorescence*.

Abstract

Biorestoratif needs material for bones and teeth has increased for all groups with lower prices and better quality. While the availability of raw materials inorganic material of a mineral deposit for biomaterials increasingly limited. Research and development of renewable inorganic biomaterial is of great concern not only chemists material, but also medical experts restorative bones and teeth. One concern is the use of waste as a cow bone calcium phosphate precursor and rice husk ash as a source of amorphous silica. Continued utilization of rice husk ash amorphous silica and calcium phosphate from bovine bones waste into new compounds of calcium silikoposfat potential as a biomaterial or bioglass restorative clinically as implants or dental filling material. Characteristics of the specific composition of calcium silikoposfat synthesized consisting of the elements calcium (Ca), silica (Si) and phosphorus (P) can be determined by utilizing the specific energy of fluorescence of each of these elements by utilizing the absorption of energy by X-ray radiation. The research data mention that all sample analytical results indicate the presence of the elements calcium, silica and phosphorus.

Keywords : calcium silikoposfat , X - ray Fluorescence.

PENDAHULUAN

Kebutuhan terhadap biomaterial anorganik yang dipergunakan untuk merestorasi bagian-bagian tubuh manusia khususnya tulang dan gigi semakin meningkat baik kuantitas maupun kualitasnya. Hal ini seiring dengan semakin banyaknya berbagai kecelakaan, kerusakan, bencana alam dan berbagai

penyakit yang menyebabkan kerusakan tulang dan gigi manusia. Di samping itu, hal tersebut juga seiring dengan kemajuan peradaban dan kebudayaan, kebutuhan terhadap restorasi tulang dan gigi yang menjamin kenyamanan (*biocompatible*) dan estetika (khusus restorasi gigi) semakin menjadi trend. Oleh karena itu kebutuhan biorestoratif material untuk

tulang dan gigi semakin meningkat untuk semua kalangan dengan harga yang lebih murah dan kualitas yang semakin baik. Sementara itu ketersediaan bahan baku material anorganik dari deposit mineral untuk biomaterial semakin terbatas. Penelitian pengembangan biomaterial anorganik terbaru menjadi perhatian besar tidak saja para ahli kimia material, tetapi juga ahli medis restoratif tulang dan gigi.

Penyambungan terhadap tulang yang patah atau perbaikan tulang yang retak dan penambalan gigi berlubang atau pemasangan gigi yang copot sudah ada sejak jaman dahulu dan mengiringi perkembangan peradaban manusia. Seiring dengan semakin banyaknya berbagai kecelakaan, kerusakan, bencana alam dan berbagai penyakit yang menyebabkan kerusakan tulang dan gigi manusia, maka kebutuhan terhadap biomaterial anorganik yang dipergunakan untuk merestorasi bagian-bagian tubuh manusia khususnya tulang dan gigi semakin meningkat baik kuantitas maupun kualitasnya dengan harga yang lebih murah. Sementara itu ketersediaan bahan baku material anorganik dari deposit mineral untuk biomaterial semakin terbatas. Oleh karena itu, penyediaan bahan baku material anorganik terbaru (yang diperoleh dari biomassa yang dapat ditanam atau ditanakkan) untuk mendukung pengembangan biomaterial anorganik restoratif tulang dan gigi perlu dikembangkan. Salah satu sumber bahan biomaterial anorganik adalah kalsium silikofosfat. Untuk menghasilkan kalsium silikofosfat terbaru diperlukan bahan baku sumber silika dan fosfat terbaru.

Material anorganik berbasis fosfat terbaru dapat dibuat secara ekonomis dengan memanfaatkan limbah tulang sapi dan uji potensinya sebagai sumber senyawa fosfat terbaru telah lama diteliti di FMIPA Universitas Pendidikan Ganesha antara lain, (1) isolasi dan karakterisasi hidroksiapatit dari limbah tulang sapi (Suta Mahardika, 2007); (2) karakterisasi apatit limbah tulang sapi dengan XRD (Suparya, 2007); (3) konversi hidroksiapatit limbah tulang sapi menjadi natrium trifosfat (Candrama, 2008). Di sisi lain, penyediaan material berbasis silika terbaru secara ekonomis dapat dilakukan dengan memanfaatkan limbah biomassa tropis kaya silikon, salah satunya adalah sekam padi. Padi adalah tanaman yang paling utama di sebagian besar belahan bumi karena beras merupakan salah satu makanan pokok. Produksi padi dunia diperkirakan sekitar 550.000.000 ton/tahun (Wada, dkk., 2005). Sekam

padi merupakan limbah pertanian yang kaya silikon dan jika dibakar mampu menghasilkan silika (SiO_2) berupa bubuk putih dengan kemurnian 94-96 % b/b dengan pengotor K_2O , Na_2O dan Fe_2O_3 . Pengotor tersebut dapat dengan mudah dilarutkan dengan asam-asam mineral sehingga diperoleh silika amorf yang reaktif dengan kemurnian sampai 99 % b/b (Real, et.al, 1996). Keunggulan silika yang berbahan baku sekam padi dibandingkan silika yang diperoleh dari deposit batuan (kuarsa) adalah (1) silika dari sekam padi memberi nilai tambah terhadap limbah pertanian, sedangkan silika dari batuan menyebabkan kerusakan lingkungan akibat penambangan deposit, (2) silika dari sekam padi amorf dan reaktif sehingga cocok untuk starting material dalam memproduksi senyawa turunannya, dan (3) silika dari abu sekam padi langsung dapat berupa bubuk dengan kemurnian tinggi serta memurnikannya mudah, sedangkan untuk mendapatkan silika bubuk murni dari batuan kuarsa memerlukan banyak energi untuk penggilingan dan pemurnian.

Potensi pemanfaatan lanjutan dari silika amorf abu sekam padi dan kalsium posfat dari limbah tulang sapi menjadi senyawa baru adalah senyawa kalsium silikoposfat karena senyawa ini potensial sebagai salah satu biomaterial atau bioglass restoratif secara klinik seperti implan atau bahan tambal gigi (Galliano dan Lopez, 1995). Karakteristik komposisi spesifik kalsium silikoposfat hasil sintesis yang terdiri atas unsur-unsur kalsium (Ca), silika (Si), dan Posfat (P) dapat diketahui dengan memanfaatkan energi spesifik fluoresensi masing-masing unsur tersebut dengan memanfaatkan serapan energi oleh radiasi sinar-X (West, 1984).

Keberhasilan sintesis material anorganik yang menjadi tujuan penelitian ini dapat ditunjukkan dengan kesesuaian karakteristik unsur-unsur penyusun senyawa hasil sintesis. Pembuktian karakteristik ini dapat dilakukan dengan memanfaatkan energi spesifik unsur-unsur penyusun material yaitu energi fluoresensi dengan memanfaatkan radiasi sinar X. Hal tersebut juga berlaku kepada material hasil sintesis kalsium silikoposfat.

Karakterisasi kalsium silikoposfat akan mempertegas kebenaran senyawa hasil sintesis yang selanjutnya potensial digunakan sebagai bahan baku biomaterial restoratif dengan memodifikasinya menjadi semen gelas ionomer sebagai salah satu material bahan tambal gigi.

METODE

Subyek penelitian adalah serbuk kalsium silikoposfat hasil sintesis, sedangkan sebagai obyek penelitian adalah data XRF serbuk kalsium silikoposfat hasil sintesis

Metode Pengumpulan Data

Percobaan yang dilakukan menghasilkan beberapa data seperti serbuk putih kalsium silikoposfat hasil sintesis. Kemudian serbuk tersebut dianalisis dengan menggunakan instrumen XRF untuk mengetahui persentase relatif unsur-unsur penyusun senyawa bioglass. Percobaan ini dilakukan di laboratorium Analis Kimia FMIPA UNDIKSHA, dengan tahapan untuk memperoleh data sebagai berikut. **Isolasi kalsium silikoposfat dari limbah tulang sapi.** Limbah tulang sapi dibersihkan, dibuang bagian kolagen dan sisa-sisa daging yang menempel. Selanjutnya tulang ditumbuk halus dan dicuci dengan asam sulfat encer dan etanol. Bubuk tulang selanjutnya dipanaskan secara hidrotermal dengan autoklap sehingga diperoleh bubuk halus apatit tulang.

Isolasi silika amorph dari abu sekam padi.

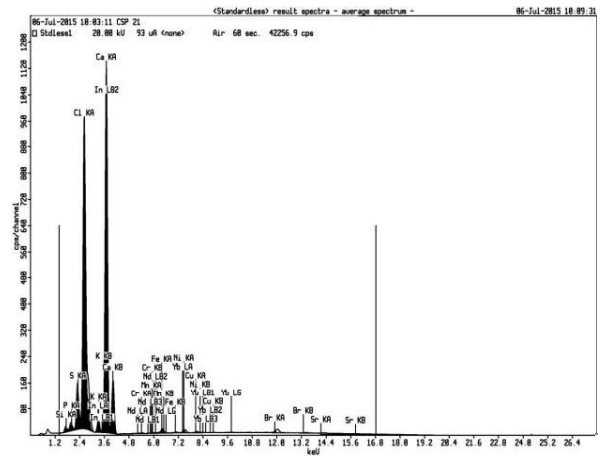
Sekam padi dicuci, *dibleaching*, dibubukan, kemudian bubuk dibakar secara bertahap sampai mendapatkan abu silika yang putih dan halus. Serbuk hasil pembakaran dicuci dengan sejumlah volume HCl 37% dan H₂SO₄ 96%. Selanjutnya serbuk yang telah dicuci diproses secara hidrotermal dalam autoklap untuk menghasilkan bubuk silika amorph.

Sintesis kalsium silikoposfat

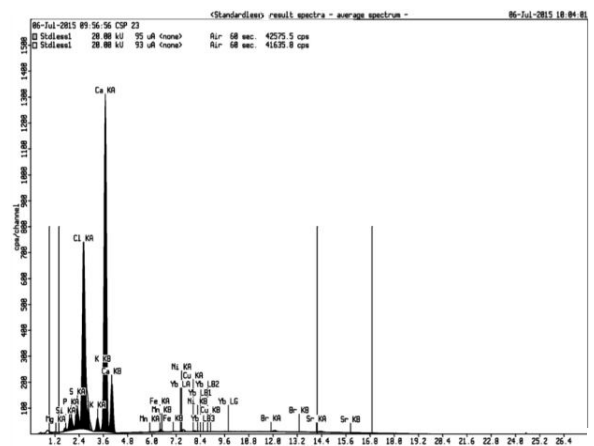
Pembuatan sol kalsium silikat dengan perbandingan molar kalsium hidroksida dan silika yang tepat, pengadukan dan suhu aduk yang cukup sehingga diperoleh sol kalsium silikat yang homogen. Disisi lain dibuat juga sol kalsium fosfat dari bubuk superhalus halus apatit tulang. Reaksi solgel dari sol kalsium silikat dengan sol kalsium fosfat dilakukan, kemudian dipanaskan sambil diaduk pelan-pelan pada suhu 100°C sehingga masing-masing akan terbentuk gel kalsium silikofosfat. Kemudian kalsium silikofosfat *diaging* secara hidrotermal dengan autoklap pada suhu

100°C selama 24 jam. Produk aging dikalsinasi atau dipanaskan kembali pada suhu 100°C selama 2 jam sehingga diperoleh bubuk halus kalsium silikofosfat. Selanjutnya, sampel hasil sintesis difurnace pada suhu tertentu dan hasilnya dikarakterisasi XRF.

HASIL DAN PEMBAHASAN



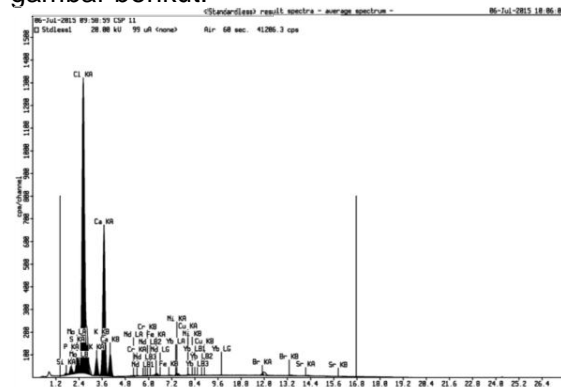
Gambar3. Spektra X-ray Fluoresensi CSP 21



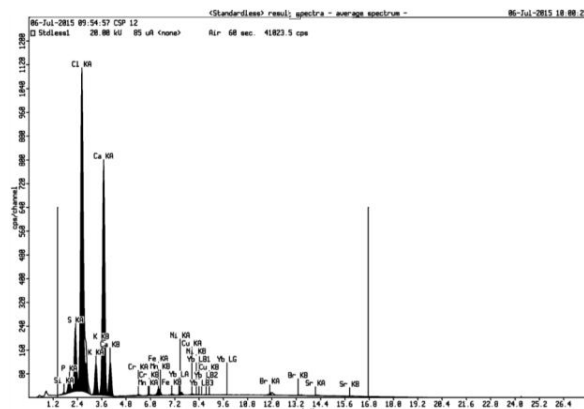
Gambar4. Spektra X-ray Fluoresensi CSP 23

Karakterisasi X-ray fluorescence merupakan salah satu jenis metode untuk mengetahui komponen unsur-unsur penyusun suatu material. Keberhasilan hasil sintesis kalsium silikoposfat dapat diamati melalui fluoresensi unsur-unsur yang karakteristik setelah dikenakan sinar X. Hasil karakterisasi X-ray fluorescence sampel yang dianalisis jenis CSP 11, 12,

21, 23 dan 32 ditunjukkan pada Gambar-gambar berikut.



Gambar 1. Spektra X-ray Fluoresensi CSP 11



Gambar 2. Spektra X-ray Fluoresensi CSP 12

Gambar 5. Spektra X-ray Fluoresensi CSP 32

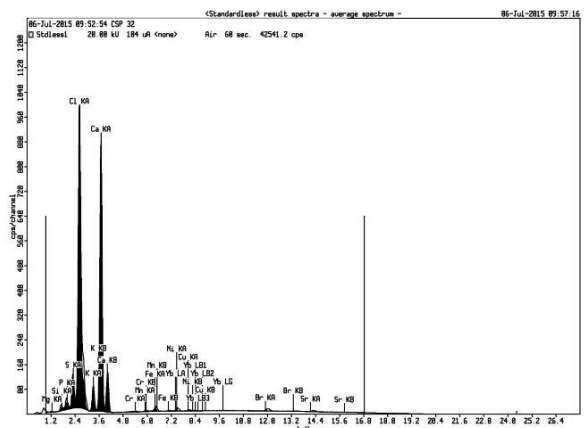
Sampel kalsium silikoposfat dengan komponen penyusunnya terdiri atas unsur kalsium (Ca), silika (Si) dan posfat (P) yang dikarakterisasi XRF (pada Tabel 1) menunjukkan bahwa semua komponen tersebut muncul. Komponen kalsium (Ca) dengan persentase paling tinggi. Komponen Si dan P menyesuaikan dengan komposisi atau perbandingan Si:P sampel hasil preparasi. Perbedaan perbandingan Si:P data XRF dengan preparasi sampel muncul pada CSP 11 dan CSP 12. Sampel CSP 11 pada preparasi dibuat dengan perbandingan Si:P 1, tetapi data XRF ternyata muncul dengan perbandingan Si:P senilai 0,623, sedangkan sampel CSP 12 pada preparasi Si:P senilai 0,5 ternyata data XRF menunjukkan Si:P dengan perbandingan 0,331. Demikian pula untuk sampel CSP 21, 23 dan 32 ada perbedaan nilai Si:P yang signifikan yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Persentase simpangan nilai Si:P saat preparasi CSP 11 sebesar 37,7% dan CSP 12 sebesar 33,8%. Simpangan nilai Si:P sampel CSP 21 sebesar 1,25%, CSP 23 sebesar 37,33% dan CSP 32 sebesar 4,8% dan ditunjukkan pada Gambar 7.

Perbedaan nilai Si:P antara yang ditetapkan saat preparasi sampel dengan data XRF kemungkinan disebabkan oleh beberapa faktor yang sulit dikontrol, misalnya terjadi kehilangan komponen saat dikenakan panas pada proses pembakaran. Kehilangan yang paling besar terjadi pada

Karakterisasi X-ray fluorescence merupakan salah satu jenis metode untuk mengetahui komponen unsur-unsur penyusun suatu material. Keberhasilan hasil sintesis kalsium silikoposfat dapat diamati melalui fluoresensi unsur-unsur yang karakteristik setelah dikenakan sinar X. Data XRF sampel hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 1.

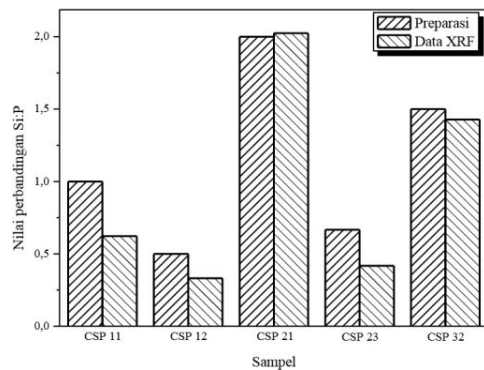
Tabel 1. Data X-ray Fluorescence sampel hasil sintesis kalsium silikoposfat

Nama sampel	Komponen (bagian dalam 100%)			Perbandingan Si dan P	
	Ca	Si	P	Si:P (data)	Si:P (preparasi)
CSP 11	32,5 ± 0,2	0,81 ± 0,02	1,3 ± 0,03	0,623	1
CSP 12	37,5 ± 0,2	0,63 ± 0,04	1,9 ± 0,01	0,331	0,5
CSP 21	49,2 ± 0,07	1,6 ± 0,03	0,79 ± 0,008	2,025	2
CSP 23	55,1 ± 1,5	1,3 ± 0,04	3,11 ± 0,05	0,418	0,667
CSP 32	40,1 ± 0,01	2,0 ± 0,05	1,4 ± 0,03	1,428	1,5

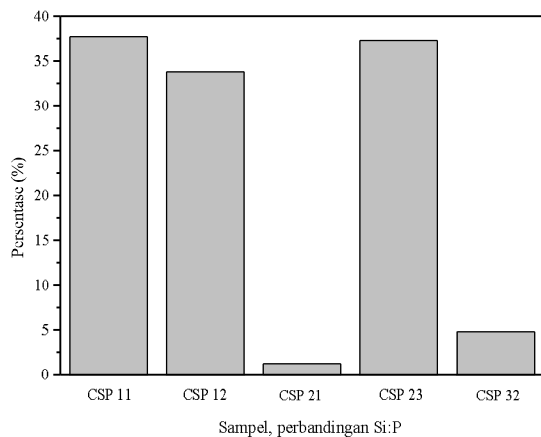


perbandingan Si:P dengan jumlah mol P lebih banyak dan unsur klor juga muncul dengan puncak yang sangat tinggi, kemungkinan hal ini berhubungan dengan unsur posfor dalam struktur kloroapatit dari serbuk tulang sapi bukan sebagai hidroksiapatit. Sehingga untuk penelitian selanjutnya dilakukan isolasi posfat dapat dilakukan lebih baik dengan menghilangkan unsur klor yang sangat mungkin ada karena apatit dari tulang sapi memiliki kemungkinan

tiga struktur yaitu hidroksiapatit, kloroapatit dan fluoroapatit.



Gambar 6. Grafik perbandingan Si:P pada preparasi sampel dan data XRF.



Gambar 7. Grafik persentase simpangan nilai perbandingan Si:P Suta Mahardika, I K. (2007). Isolasi dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi. *Skripsi*. Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Undiksha (tidak diterbitkan).

SIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut hasil karakterisasi kalsium silikoposfat hasil sintesis dengan Xray fluoresensi menghasilkan bahwa kalsium silikofosfat hasil sintesis mengandung unsur-unsur penyusun senyawa kalsium silikoposfat seperti Si, Ca, dan P. Saran yang dapat disampaikan pada penelitian ini adalah perlu adanya penelitian terkait dengan sintesis kalsium silikofosfat dengan dilakukan isolasi posfat dapat dilakukan lebih baik dengan menghilangkan unsur klor terlebih dahulu yang sangat mungkin ada dalam tulang sapi.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih ditujukan kepada lembaga penelitian Universitas Pendidikan Ganesha sebagai penyandang dana dalam penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

Candrama, I M. (2008). Konversi Hidroksiapatit Hasil isolasi dari Tulang Sapi menjadi Natrium Tripolifosfat. *Skripsi*. Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Undiksha (tidak diterbitkan).

Galliano, P.G., Lopez., J.M.Porto. (1995). Thermal Behaviour of Bioactive Alkaline-Earth Silicophosphate Glasses. *Journal of Materials Science: Material in Medicine*. Volume 6. Halaman 353-359.

Petrovskaya, T.S., Silicophosphate Glasses as a Component of Bioactive Coatings. *Proceedings the 8th Russian-Korean International Symposium on Science and Technology*, Volume 3, Issue, 26 June-3 July 2004 Page(s): 146 – 149.

Real, C., Alcalá, M.D., & Criado, J.M. (1996). Preparation of Silika from Rice Husks, *J. Am. Ceram. Soc.*, 79(8), 2012-16.

Schmidt, H. K. (2001). Das Sol-Gel Verfahren, *Chemie in Unserer Zeit*, 3, 176-184.

Suparya, K. (2007). Karakterisasi Apatit Hasil Isolasi Limbah Tulang Sapi dengan Difraksi Sinar X Serbuk (XRD). *Skripsi*. Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Undiksha (tidak diterbitkan).

Suta Mahardika, I K. (2007). Isolasi dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Sapi. *Skripsi*. Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Undiksha (tidak diterbitkan).

Wada, S., W. Mosungnoen, K. Hemachandra and H. Jarunworuluck. (2005). Survey of the Research on the Utilization of Rice Husk and Rice Husk Silika. *Proceeding of the First Workshop on the Utilization of Rice Husk and Rice Husk Silika*, September 19, 2005. Chulalongkorn University Thailand.

West, A.R. (1984), *Solid State Chemistry and Its Applications*, John Wiley and Son, Inc., New York.

Schöneborn, M. (2008). *Synthese und Kristallstrukturen polynärer Phosphate und Silicophosphate des Titans*. Dissertation,

Rheinischen
Universität

Friedrich-Wilhelms-
Bon