

RINGKASAN

Osteoporosis adalah penyakit yang ditandai dengan penurunan massa tulang dan perubahan mikroarsitektur jaringan tulang, sehingga meningkatkan kerapuhan dan risiko patah tulang. Tulang osteoporosis memiliki tingkat *reactive oxygen species* (ROS) yang sangat tinggi. Tingkat ROS yang tinggi dapat menyebabkan inflamasi. Massa tulang yang rendah dan tingginya tingkat ROS dapat diatasi dengan semen kalsium fosfat (SKF) yang mengandung antioksidan. Beta trikalsium fosfat (β -TCP $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) dan serium oksida (CeO_2) digunakan sebagai bahan pembuatan SKF, CeO_2 berperan sebagai antioksidan dalam mereduksi ROS serta memiliki biokompatibilitas yang baik dan tingkat toksisitas yang rendah. Penggunaan CTAB pada proses sintesis β -TCP dan CeO_2 akan menghasilkan partikel dengan ukuran dan bentuk yang seragam. Perbedaan temperatur kalsinasi diketahui berpengaruh terhadap sifat-sifat CeO_2 , seperti ukuran partikel, morfologi, dan kristalinitas. Penelitian ini bertujuan menghasilkan material komposit β -TCP/ CeO_2 yang berpotensi sebagai material regeneratif untuk perbaikan tulang serta memahami pengaruh variasi temperatur kalsinasi terhadap karakteristik CeO_2 .

KH_2PO_4 dan CTAB dilarutkan dengan 50mL aquades pada gelas untuk membentuk larutan 1 sebagai tahap awal sintesis β -TCP dengan metode sol-gel. Dilanjutkan dengan melarutkan $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan CTAB dengan 50 mL aquades pada gelas untuk membentuk larutan 2. Larutan 1 dan 2 dicampur lalu diberi larutan NH_4OH hingga terbentuk gel, gel kemudian didiamkan selama 48 jam larutan disaring, endapan dicuci dan dikalsinasi pada temperatur 800°C . CeO_2 disintesis dengan metode presipitasi dengan melarutkan $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan CTAB ke dalam 50ml aquades, kemudian diberi larutan NH_4OH hingga terbentuk endapan, endapan kemudian dicuci dan dikalsinasi pada temperatur 500 - 700°C . Penamaan sampel berdasarkan temperatur kalsinasi, yaitu TCP800, Ce500, Ce600, dan Ce700. Komposit disintesis dengan mencampurkan β -TCP dan CeO_2 sebagai komponen padat dengan larutan Na_2HPO_4 2,5% sebagai komponen cair. Beta-TCP, dan CeO_2 dikarakterisasi untuk mengetahui sifat-sifat materialnya, komposit diuji pelepasan molekul CeO_2 dalam larutan ringer laktat dengan variasi waktu perendaman.

Hasil sintesis menghasilkan β -TCP dengan % kristalinitas dan ukuran kristalit yaitu 86,5% dan 63,46 nm. Ukuran Partikel β -TCP diukur menggunakan SEM, didapatkan ukuran partikel sekitar 0,06-1,7 μm dengan bentuk granular tidak beraturan dan rasio Ca/P sebesar 1,496. Hasil sintesis CeO_2 pada variasi temperatur menunjukkan munculnya vibrasi ulur Ce-O dan difraksi khas milik CeO_2 . % kristalinitas dan ukuran kristal semakin meningkat seiring meningkatnya temperatur yaitu 81,1 - 84,5 % dan 15,58 - 23,12 nm. Bentuk partikel CeO_2 tidak beraturan, ukuran partikel semakin kecil seiring dengan peningkatan temperatur kalsinasi, yaitu 0,2-5,6 μm pada 600°C dan 0,12-2,9 μm pada 700°C . Rasio atom Ce/O pada permukaan meningkat seiring dengan naiknya temperatur kalsinasi, mencapai rentang 0,48 - 0,57. Hasil analisis fluoresens menunjukkan Ce700 memiliki intensitas emisi terendah yang menandakan kekosongan oksigen tertinggi diantara semua sampel. Komposit β -TCP/ CeO_2 berhasil disintesis dengan ciri fisik berbentuk padatan berwarna putih keruh. Uji pelepasan CeO_2 dalam larutan ringer laktat menunjukkan bahwa komposit berhasil melepaskan molekul CeO_2 dalam larutan dengan lama perendaman tidak berpengaruh pada jumlah CeO_2 yang dilepas.

SUMMARY

Osteoporosis is a disease characterized by reduced bone mass and alterations in the microarchitecture of bone tissue, leading to increased fragility and fracture risk. Osteoporotic bone exhibits elevated levels of reactive oxygen species (ROS), which can induce inflammation. The combined issue of low bone mass and high ROS levels can be addressed using calcium phosphate cement (CPC) containing antioxidants. Beta-tricalcium phosphate (β -TCP, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) and cerium oxide (CeO_2) are used in the formulation of CPC, where CeO_2 serves as an antioxidant to reduce ROS levels. CeO_2 is also known for its good biocompatibility and low toxicity. The use of CTAB in the synthesis of β -TCP and CeO_2 contributes to producing particles with uniform size and morphology. Calcination temperature is known to influence the properties of CeO_2 , such as particle size, morphology, and crystallinity. This study aims to develop a β -TCP/ CeO_2 composite material with potential as a regenerative material for bone repair and to investigate the effect of calcination temperature variations on the characteristics of CeO_2 .

The synthesis of β -TCP was carried out via the sol-gel method by dissolving KH_2PO_4 and CTAB in 50 mL of distilled water (solution 1), followed by dissolving $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and CTAB in another 50 mL of distilled water (solution 2). The two solutions were mixed, and NH_4OH was added until a gel formed. The gel was aged for 48 hours, filtered, washed, and calcined at 800°C . CeO_2 was synthesized via the precipitation method by dissolving $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and CTAB in 50 mL of distilled water, followed by the addition of NH_4OH to form a precipitate. The precipitate was washed and calcined at temperatures of 500 – 700°C . Samples were named according to their calcination temperature: TCP800, Ce500, Ce600, and Ce700. The composite was prepared by mixing β -TCP and CeO_2 as the solid component with 2.5% Na_2HPO_4 solution as the liquid component. Characterization was performed on β -TCP and CeO_2 to assess their material properties, and the composite was tested for CeO_2 release in Ringer's lactate solution over various immersion times.

The synthesized β -TCP exhibited 86.5% crystallinity and a crystallite size of 63.46 nm. SEM analysis showed β -TCP particles ranged from 0.06 to $1.7\ \mu\text{m}$ in size with irregular granular morphology and a Ca/P ratio of 1.496. CeO_2 synthesized at different temperatures exhibited Ce–O stretching vibrations and characteristic diffraction patterns. Crystallinity and crystal size increased with higher calcination temperatures, ranging from 81.1% to 84.5% and from 15.58 to 23.12 nm, respectively. CeO_2 particles were irregular in shape, and their size decreased with increasing calcination temperature: 0.2 – $5.6\ \mu\text{m}$ at 600°C and 0.12 – $2.9\ \mu\text{m}$ at 700°C . The surface atomic ratio of Ce to O increased with higher calcination temperature, reaching 0.48–0.57. Fluorescence analysis showed that Ce700 had the lowest emission intensity, indicating the highest oxygen vacancy among the samples. The β -TCP/ CeO_2 composite was successfully synthesized as a solid, cloudy-white material. The CeO_2 release test in Ringer's lactate solution confirmed the composite's ability to release CeO_2 molecule, with immersion time showing no significant effect on the release amount.