

## Karakterisasi dan Laju Biodegradasi Biokomposit Serbuk Tulang Sapi/Shellac/Tepung Tapioka sebagai Material Pengisi Tulang

Joko Triyono<sup>1\*</sup>, Bhorin Tantomo Christiawan<sup>1</sup>, Abu Masykur<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Mesin, Universitas Sebelas Maret

<sup>2</sup>Kimia, Universitas Sebelas Maret

\*e-mail address: jokotriyono@staff.uns.ac.id

---

### Keywords:

Karakterisasi, tulang sapi, shellac, tepung tapioka, biodegradasi.

---

### Abstrak:

Hasil RISKESDAS menyatakan kasus patah tulang di Indonesia cukup tinggi untuk setiap tahunnya akibat dari kecelakaan, jatuh, dan trauma benda tumpul. Salah satu metode penyelesaian dari patah tulang adalah dengan melakukan implan material bone filler dengan komponen dasarnya adalah hidroksiapatit. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah tepung tapioka dan shellac akan hilang setelah proses sintering, dan mengetahui pengaruh tepung tapioka pada pembentukan porositas dan degradasi pada material biokomposit BHA. Penelitian ini menggunakan metode kalsinasi untuk menghilangkan zat organik pada serbuk tulang sapi, kompaksi untuk membentuk sebuah tablet biokomposit BHA/Shellac/Tapioka, dan proses sintering untuk menghasilkan porositas pada tablet spesimen uji. Berdasarkan hasil analisis data uji yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa pengamatan SEM memperlihatkan porositas yang terjadi pada spesimen uji. Pengamatan pola difraktogram XRD menunjukkan  $2\theta$  nilai sampel sesuai dengan pola difraktogram standar HA JCPDS 9-432. Pengamatan spektrum FTIR menunjukkan adanya tiga titik puncak utama yang berupa gugus fungsi fosfat ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), karbonat ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) dan hidroksil ( $\text{OH}^-$ ). Dari ketiga pengamatan tersebut menunjukkan bahwa kandungan tapioka dan shellac telah hilang sepenuhnya saat proses sintering dan hanya menyisakan kandungan BHA dan semakin banyak campuran tapioka yang digunakan akan mempercepat laju degradasi.

---

## PENDAHULUAN

Fraktur merupakan suatu kondisi dimana kontinuitas tulang hilang, baik bersifat lokal maupun sebagian [1]. Keadaan patah tulang secara klinis dapat diklasifikasikan menjadi fraktur tertutup (*simple fracture*) yang fragmen tulangnya tidak menembus kulit dan fraktur terbuka (*compound fracture*) yang tulangnya menembus kulit dan terjadi luka pada kulit serta jaringan lunak [2]. Tulang secara alami terdiri dari 70% mineral anorganik, 20% bahan organik, dan 10% air. Bahan organik ini sebagian besar terbuat dari kolagen tipe I, sedangkan mineral anorganik terdiri dari kalsium berkarbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) [3]. Hidroksiapatit dengan rumus molekul  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$  adalah salah satu bahan *bioceramic* kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang merupakan bagian besar komponen anorganik dari tulang dan gigi manusia [4]. Kelebihan *hydroxyapatite* (HA) sebagai bahan pengganti

tulang karena tidak mengandung bahan beracun, biokompatibel, dan dapat menyatu dalam jaringan hidup [5].

Pada penelitian ini, hidroksiapatit ditambah dengan bahan lain yaitu tepung tapioka untuk pembuatan *bone filler*. Tepung tapioka digunakan sebagai pembentuk porus pada material bone filler dan dapat mengisi rongga cacat tulang, mempercepat pertumbuhan tulang dan memfasilitasi pertukaran komponen gizi [6].

Hasil dari penelitian diharapkan dapat digunakan untuk bahan pengisi tulang (*bone filler*) dan dapat diimplementasikan terhadap penderita penyakit tulang dan gigi.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah hidroksiapatit dari tulang sapi bagian

<https://dx.doi.org/10.20961/mekanika.v19i1.39913>

Submitted February 2020; Revised March 2020; Published March 2020

© Mekanika: Majalah Ilmiah Mekanika. All right reserved.

*femur* (BHA), tepung tapioka, dan larutan *shellac*. Tepung tapioka digunakan sebagai material pembentuk porus dan larutan *shellac* digunakan sebagai pengikat antar serbuk BHA dengan cara merendam BHA kedalam larutan *shellac* kemudian dikeringkan.

### Proses Persiapan

Proses pembuatan BHA dimulai dari perebusan tulang sapi bagian femur, kemudian tulang sapi dijemur selama 7 hari agar tulang sapi menjadi kering dan sumsum pada tulang hilang. Tulang sapi kemudian dipotong kecil-kecil dan dihaluskan menggunakan mesin *crushing*. Tulang sapi yang telah menjadi serbuk kemudian diayak dengan ukuran  $-200/+270$ . Serbuk tulang sapi yang telah diayak kemudian dikalsinasi pada temperatur  $700^{\circ}\text{C}$  dengan waktu penahanan selama 2 jam agar zat organik dalam serbuk tulang sapi menghilang dan berubah menjadi serbuk BHA (*bovine* hidroksiapatit). Penelitian ini menggunakan BHA/*shellac*/tapioka. Tapioka berfungsi sebagai pembentuk porus, dan *shellac* sebagai pengikat serbuk hidroksiapatit dan dapat meningkatkan *compression strength* [7].

Pembuatan larutan *shellac* dengan cara menghaluskan sekresi dari kutu lak menggunakan mortar hingga ukuran butirnya menjadi lebih kecil dari sebelumnya. Butir-butir sekresi kutu lak dicampur dengan etanol 97% menggunakan *magnetic stir* selama 4 jam dengan perbandingan etanol dan butir sekresi kutu lak adalah 10 : 1. Campuran tersebut kemudian didiamkan hingga mengendap kemudian dilakukan penyaringan dan didapat larutan *shellac*. Serbuk tulang sapi yang telah diayak dengan ukuran  $-200/+270$  kemudian direndam dengan larutan *shellac* dan kemudian dikeringkan secara alami. Tahap selanjutnya adalah proses pencampuran BHA, *shellac*, dan tapioka dengan variasi perbandingan volume BHA dan tepung tapiokaberturut – turut adalah 70:30, 75:25, 80:20, 85:15, dan 90:10. Serbuk yang telah dicampur dilakukan proses kompaksi pada tekanan 60 Bar selama 5 menit. Spesimen

yang dihasilkan berbentuk tablet dengan ukuran 13mm x 4mm.

Spesimen yang telah dikompaksi hingga berbentuk tablet selanjutnya dilakukan proses sinter dengan suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  dengan waktu penahanan selama 2 jam [8] yang bertujuan untuk proses pengikatan antar butir serbuk BHA, menghilangkan kandungan tapioka serta *shellac*, dan dapat terbentuknya porositas pada spesimen.

### Pengamatan

Pengamatan yang dilakukan pada spesimen BHA/*shellac*/tapioka adalah sebagai berikut:

#### a. Pengamatan SEM

Pengamatan ini meliputi pengambilan foto SEM untuk mengetahui bentuk porus pada material BHA/*shellac*/tapioka.

#### b. Pengamatan biodegradasi

Pengamatan biodegradasi dilakukan dengan menghitung penurunan berat sampel berbentuk tablet selama 2 bulan di dalam botol kecil berisi 20 ml PBS dan diinkubasi pada  $37^{\circ}\text{C}$  dengan penggantian larutan dan pengambilan data setiap 7 hari sekali. Pengambilan data dilakukan dengan mengeringkan spesimen di dalam mesin *oven* dengan suhu  $125^{\circ}\text{C}$  dan penahanan temperatur selama 1 jam.

#### c. Pengamatan pola difraksi XRD

Pengamatan pola difraksi XRD ditunjukkan dengan 30 kV, 30 mA dengan target Cu. Pengujian ini meliputi pengambilan data spesimen dalam bentuk serbuk untuk mengetahui struktur kristal, fasa dan derajat kristalinitas.

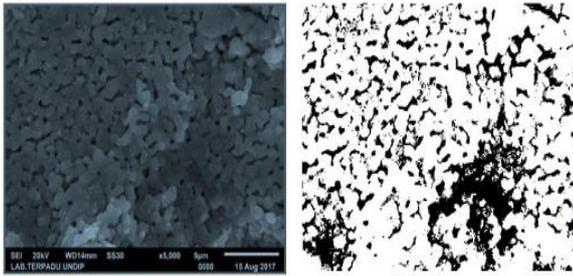
#### d. Pengamatan gugus fungsi dengan FTIR

Pengamatan ini meliputi pengambilan data spesimen dalam bentuk serbuk untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam spesimen.

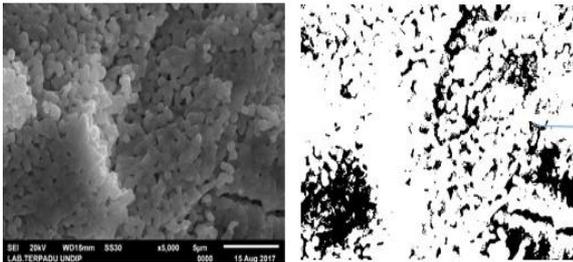
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil pengamatan foto SEM

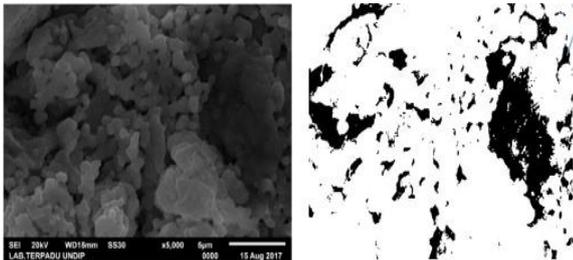
Hasil pengamatan foto SEM memperlihatkan bentuk porositas dari variasi sampel yang diperoleh dari sampel BHA/*shellac*/tapioka setelah proses *sintering*. Hasil foto SEM dapat dilihat pada Gambar 2-7. Pada bagian kanan menunjukkan warna hitam adalah porositas material dengan menggunakan *software* ImageJ.



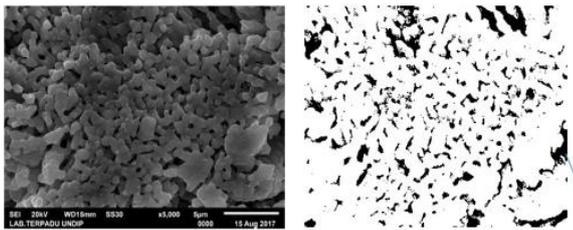
Gambar 2 Pengamatan uji SEM  
BHA/Shellac/Tepung tapioka dengan variasi  
70/30



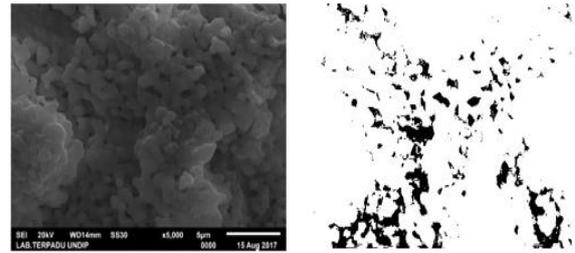
Gambar 3 Pengamatan uji SEM  
BHA/Shellac/Tepung tapioka dengan variasi  
75/25



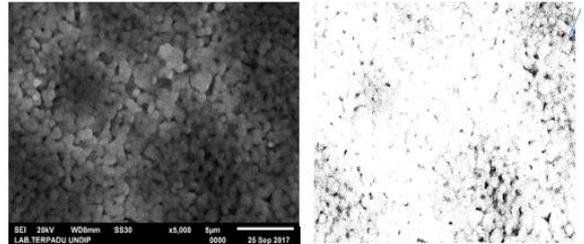
Gambar 4 Pengamatan uji SEM  
BHA/Shellac/Tepung tapioka dengan variasi  
80/20



Gambar 5 Pengamatan uji SEM  
BHA/Shellac/Tepung tapioka dengan variasi  
85/15



Gambar 6 Pengamatan uji SEM  
BHA/Shellac/Tepung tapioka dengan variasi  
90/10



Gambar 7 Pengamatan uji SEM BHA kontrol

Gambar 2-6 dapat dilihat bahwa terbentuk porus pada spesimen BHA/shellac/tapioka. Porositas terbentuk akibat adanya campuran tapioka yang menguap saat proses sintering. Variasi 70/30 hingga 90/10, porositas yang dihasilkan semakin sedikit. Hal ini karena semakin sedikitnya campuran tapioka, porus yang dihasilkan juga semakin sedikit. Gambar 7 menunjukkan porositas pada spesimen BHA kontrol, ukuran porositas yang tercipta pada spesimen BHA kontrol sangat kecil dibandingkan dengan spesimen BHA/shellac/tapioka karena pada spesimen BHA kontrol tidak menggunakan pencampur tapioka sebagai pembentuk porus. Pada tabel 1 memperlihatkan tingkat porositas dari material BHA/Shellac/Tapioka dan BHA kontrol dengan menggunakan *software* ImageJ.

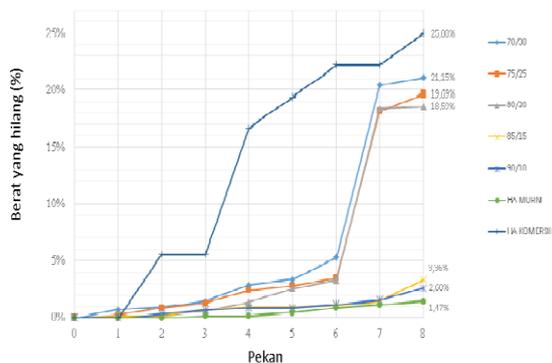
Tabel 1. Tingkat Porositas

Variasi	Tingkat Porositas (%)
70/30	24,30
75/25	21,02
80/20	19,10
85/15	14
90/10	9,95
BHA kontrol	5,45

Hasil pengamatan uji SEM BHA/shellac/tapioka dengan BHA kontrol memperlihatkan terbentuknya porus yang dialami oleh spesimen dengan variasi 70/30, 75/25, 80/20, 85/15, 90/10 dan tanpa penambahan pencampur tapioka. Variasi spesimen BHA/shellac/tepung tapioka 70/30 dapat dilihat bahwa porus yang tercipta lebih nampak dan terlihat lebih besar daripada variasi yang lain, sedangkan spesimen BHA kontrol porositas yang tercipta lebih kecil daripada porositas yang tercipta pada variasi BHA/shellac/tapioka 90/10. Hasil pengamatan uji SEM didapat kesimpulan bahwa semakin banyaknya campuran tepung tapioka yang digunakan maka semakin banyak porositas yang terlihat.

### Hasil pengamatan laju degradasi

Hasil pengamatan laju degradasi menunjukkan penurunan berat sampel BHA/shellac/tapioka setelah proses *sintering* yang direndam pada larutan PBS (*Phosphate Buffered Saline*) selama 8 minggu. Penurunan berat sampel dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Laju degradasi selama 8 minggu

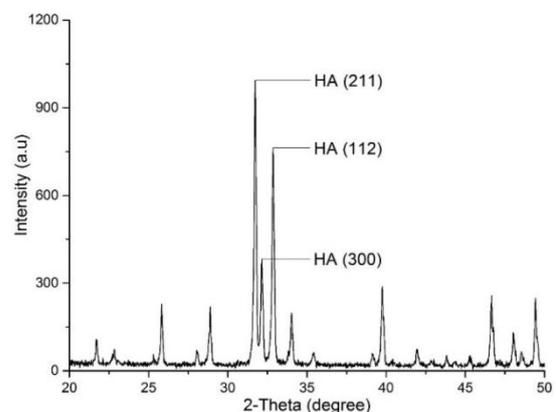
Dari Gambar 8 dapat dilihat bahwa semua jenis sampel memiliki sifat *biodegradable* dan selama 8 minggu mengalami penurunan berat yang berbeda-beda. *Biodegradable* masing-masing dari yang paling lambat ke yang paling cepat berturut-turut yaitu 90/10, 85/15, 80/20, 75/25, dan 70/30. Dapat dilihat bahwa semakin banyak variasi campuran dari tapioka maka kemampuan degradasi dari material semakin

cepat. Kemampuan degradasi ini dipengaruhi oleh semakin banyaknya variasi campuran maka persentase porositas semakin meningkat dan kerapatan semakin menurun sehingga menyebabkan semakin luasnya permukaan dari spesimen yang bersentuhan dengan larutan PBS.

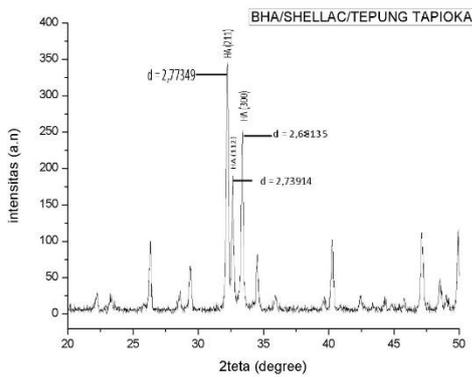
Variasi sampel dibandingkan dengan HA komersil dan BHA kontrol. Laju degradasi menunjukkan sampel 70/30, 75/25, dan 80/20 lebih cepat terdegradasi hal ini disebabkan ketika proses perendaman dan pengambilan berat sampel ada sebagian sampel yang mulai hancur sehingga berat yang hilang lebih banyak dari sampel 85/15 dan 90/10. Sedangkan pada sampel 85/15 dan 90/10 membutuhkan waktu lebih lama untuk terdegradasi. BHA kontrol memiliki waktu degradasi paling lama dari semua variasi sampel hal ini disebabkan karena pada BHA kontrol tidak terdapat campuran tapioka pembentuk porus sehingga larutan PBS yang bersentuhan dengan permukaan spesimen semakin sedikit, dan jika dibandingkan dengan HA komersil, BHA kontrol lebih lama untuk terdegradasi karena HA komersil memiliki persentase porositas yang lebih besar.

### Hasil pengamatan pola difraksi XRD

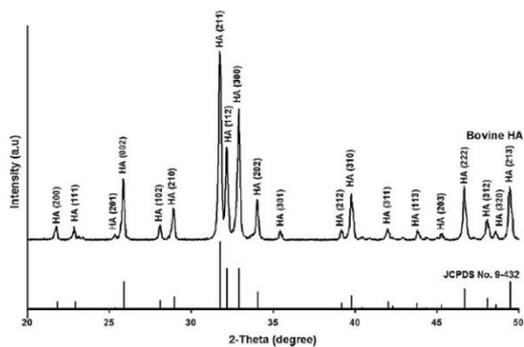
Hasil pengamatan pola difraksi XRD menunjukkan puncak-puncak dari fasa kristalin HA. Difraktogram XRD diperoleh dari sampel BHA murni, BHA/shellac/tapioka setelah proses *sintering* yang dibandingkan dengan standard HA JCPDS 9-432. Difraktogram dari masing-masing sampel dapat dilihat pada Gambar 9, Gambar 10, dan Gambar 11.



Gambar 9. Difraktogram XRD BHA murni



Gambar 10. Difraktogram BHA/shellac/tapioka



Gambar 11. Pola difraksi XRD standard HA JCPDS 9-432

Difraktogram dari BHA murni dan BHA/shellac/tapioka memiliki titik puncak dan intensitas yang hampir sama dengan standard HA JCPDS 9-432. Perbandingan titik puncak tertinggi dari BHA murni, BHA/shellac/tapioka dan HA JCPDS 9-432 dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Perbandingan titik puncak tertinggi dari BHA murni, BHA/shellac/tapioka dan HA JCPDS 9-432

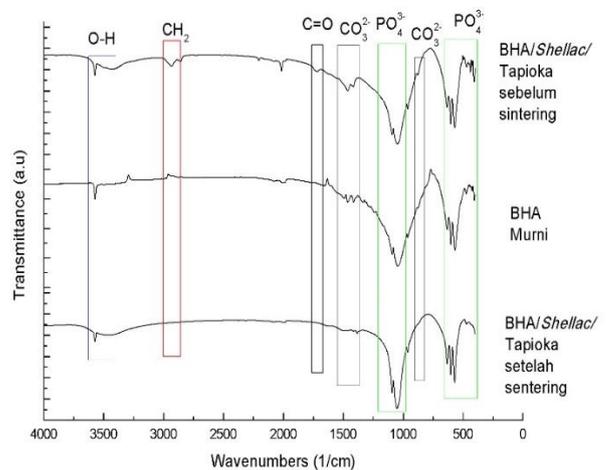
BHA murni		BHA/shellac/tepung tapioka		HA JCPDS 9-432		Himpitan sudut
2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	
31.760	2.8152	32.2503	2.77349	31,773	2,814	HA
32.160	2.7811	33.3904	2.68135	32,196	2,778	HA
32.900	2.7202	32.6660	2.73914	32,902	2,720	HA

Difraktogram BHA murni dikonfirmasi dengan pola difraksi standard HA JCPDS 9-432. Difraktogram BHA murni menghasilkan intensitas tertinggi pada nilai 2θ: 31.760°,

32.160°, 32.900°[9]. Jika dibandingkan dengan intensitas tertinggi dari standard HA JCPDS 9-432 yang mempunyai nilai 2θ: 31.773°, 32.196°, 32.902° maka bisa dikatakan BHA murni telah menjadi hidroksiapatit (HA). Difraktogram BHA/shellac/tapioca menghasilkan intensitas tertinggi pada nilai 2θ: 32.2503°, 33.3904°, 32.6660°. Jika dibandingkan dengan pola difraksi BHA murni, HA JCPDS 9-432 dan penelitian Herliansyah dkk [10] maka bisa dikatakan bahwa kandungan dari tapioka dan shellac telah mengalami penghilangan secara sempurna ketika BHA/shellac/tapioka disinter dengan suhu 1000°C.

### Hasil pengamatan gugus fungsi FTIR

Hasil pengamatan gugus fungsi FTIR menunjukkan kandungan gugus fungsi yang terkandung dalam HA. Gugus fungsi FTIR diperoleh dari sampel BHA murni, BHA/shellac/tapioka sebelum proses sintering, dan BHA/shellac/tapioka setelah proses sintering. Spektrum hasil uji FTIR dapat dilihat pada Gambar 12 dan ditabelkan pada Tabel 2.



Gambar 12. Spektrum gugus fungsi BHA murni, BHA/shellac/tapioka setelah siintering, dan BHA/shellac/tapioka setelah siintering.

Tabel 3. Spektrum hasil uji FTIR BHA murni, BHA/shellac/tapioka setelah sintering, dan BHA/shellac/tapioka setelah sintering.

Gugus	Wavenumbers (1/cm)		
	BHA murni	BHA/Shellac/ Tapioka Sebelum sintering	BHA/Shellac/ Tapioka Setelah sintering
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	958.66 473.54 1091.76; 1044.5 632.68; 601.82; 568.06	959.63 470.65 1091.76; 1046.43 632.68; 602.78; 569.99	960.59 472.58 1091.76; 1050.29 632.68; 601.82; 570.95
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	1601.95; 1546.01; 1492; 1463.07; 1412.92;	1546.98; 1461.14; 1415.81	1615.45; 1487.18; 1411.95; 1383.02
O-H	3571.36	3572.32; 3432.48	3572.32; 3445.98
C-H	-	2932.89; 2859.59	-
C=O	-	1718.65	-

Spektrum FTIR BHA murni menunjukkan adanya tiga titik puncak utama yang berupa gugus fungsi fosfat (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), karbonat (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) dan hidroksil (OH<sup>-</sup>).

Penelitian Rehman, dkk meneliti tentang hasil titik vibrasi dalam gugus fungsi dari HA yang disintes dan HA komersil berbeda menunjukkan hasil dengan titik vibrasi yang sama yaitu [10] :

1. Gugus fungsi PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> terletak pada bilangan gelombang sekitar 961 cm<sup>-1</sup>, bilangan gelombang sekitar 475-440 cm<sup>-1</sup>, bilangan gelombang sekitar 1190-976 cm<sup>-1</sup> dan bilangan gelombang sekitar 660-520 cm<sup>-1</sup>.
2. Gugus fungsi CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> terletak pada bilangan gelombang sekitar 1650-1300 cm<sup>-1</sup>, dan sekitar 875 cm<sup>-1</sup>.
3. Gugus fungsi OH<sup>-</sup> terletak pada bilangan gelombang sekitar 3569 cm<sup>-1</sup>.

Hasil dari spektrum FTIR pada spesimen BHA murni dan BHA/Shellac/ Tepung Tapioka menunjukkan adanya tiga titik puncak utama yang berupa gugus fungsi fosfat (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), karbonat (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) dan hidroksil (OH<sup>-</sup>) pada BHA murni dan BHA/Shellac/Tepung Tapioka setelah sintering, namun pada BHA/Shellac/Tepung Tapioka sebelum proses sintering terdapat puncak yang berupa gugus fungsi dari ikatan C-H alkana pada bilangan gelombang 2932.89; 2859.59 1/cm, dan ikatan C=O pada bilangan gelombang 1718,65 1/cm, gugus fungsi dari ikatan C-H dan C=O tersebut adalah pengotor

karena pencampur dari bahan tapioka tersebut belum menguap dan belum mengalami proses sintering 1000°C. Tidak adanya puncak utama selain fosfat (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), karbonat (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) dan hidroksil (OH<sup>-</sup>) menunjukkan bahwa kandungan dari shellac dan tepung tapioka benar-benar menghilang setelah proses sintering dengan suhu 1000°C dan yang tersisa hanya hidroksiapatit.

## KESIMPULAN

Berdasarkan proses pengujian, pengamatan serta hasil pembahasan yang telah dilakukan dalam penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Pengamatan foto SEM memperlihatkan terbentuknya porositas pada BHA/Shellac/Tepung tapioka dengan variasi 70/30, 75/25, 80/20, 85/15, dan 90/10. Porus yang terbentuk tidak beraturan dan tidak merata serta semakin banyak campuran tepung tapioka yang digunakan maka semakin banyak porositas yang terlihat.
2. Pengamatan laju degradasi menunjukkan bahwa semua jenis variasi sampel bersifat *biodegradable* dan semakin banyak campuran tepung tapioka yang digunakan maka semakin lama sampel untuk terdegradasi. Laju degradasi dari yang paling cepat ke yang paling lambat berturut-turut yaitu 70/30, 75/25, 80/20, 85/15, dan 90/10.
3. Analisa gugus fungsi dengan FTIR menunjukkan BHA/shellac/tepung tapioka memiliki tiga titik puncak utama yang berupa gugus fungsi fosfat (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), karbonat (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) dan hidroksil (OH<sup>-</sup>). Tidak adanya puncak utama lain, menunjukkan bahwa kandungan dari shellac dan tepung tapioka telah menghilang setelah proses sintering sampai suhu 1000°C dan yang tersisa hanya hidroksiapatit (HA).
4. Pengamatan pola difraksi XRD menunjukkan BHA/shellac/tepung tapioka sebagai fasa kemurnian dari hidroksiapatit (HA). Nilai 2θ untuk

senyawa HA sesuai dengan pola difraksi standar HA JCPDS 9-432. Maka bisa dikatakan bahwa kandungan dari tepung tapioka dan *shellac* telah menghilang secara sempurna setelah proses *sintering* sampai suhu 1000°C.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] C. Rasjad, "Pengantar Ilmu Bedah Orthopaedi, Trauma, 12th Edition". Bintang Lamupatue, 1998.
- [2] Mustaqim, "Psikologi Pendidikan." Semarang: Pustaka Pelajar, 2008.
- [3] A.A. White, S.M. Best, "Hydroxyapatitecarbon nanotube composites for biomedical applications: a review." *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 4, no. 1, pp. 1-13, 2007.
- [4] A. Rustam, F. Tatengkeng, A.M. Fahrudin, A.I. Djais, "Kombinasi perancah silk-fibroin dari kepompong ulat sutera (*Bombyx mori*) dan konsentrat platelet sebagai inovasi terapi regenerasi tulang alveolar", *Makasar*. 2015.
- [5] ARahmawati, I.N. Ilmi, H. Setyawan, S. Affandi, "Sintesis *Hydroxyapatite* Nano dengan Metode Elektrokimia Menggunakan *Pulse Direct Current* (PDC) Sebagai Bioimplan Tulang dan Gigi." *Jurnal Teknik POMITS*, vol. 1, No. 1, 2012.
- [6] Arabnejad, "A Guideline to Calculate Erosional Velocity due to Liquid Droplets for Oil and Gas Industry," in : *proceeding of the SPE Annual Technical Conference and Exhibition*. 2014.
- [7] J. Triyono, S. Susmartini, E. Susilowati, S.A. Murdiyantara, "Shellac Coated Hydroxyapatite (HA) Scaffold for Increasing Compression Strength," *Advanced Material Research*, vol. 1123, pp. 378-382. 2015
- [8] E. Kusriani, and M. Sontang, "Characterization of X-Ray Diffraction and Electron Spin Resonance: Effects of Sintering Time and Temperatur on Bovine Hydroxyapatite," *Radiation Physical and Chemistry*, vol. 81, no. 1, pp. 118-125, 2012.
- [9] M.K. Herliansyah, "Development and Fabrication of Bovine Hydroxyapatite Bone Graft for Biomedical Application," *Thesis, University of Malaya*, 2009
- [10] I. Rehman, W. Bonfield, "Characterization of Hydroxyapatite and Carbonated Apatite by Photo Acoustic FTIR Spectroscopy," *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, vol. 8, no. 1-4, 1997. doi:10.1023/A:1018570213546