

KARAKTERISASI MATERIAL FOTO BIOKOMPOSIT BERBASIS HIDROKSIAPATIT UNTUK MATERIAL IMPLAN

PHOTO BIOCOMPOSITES MATERIAL CHARACTERIZATION BASED HYDROXYAPATITE FOR IMPLANT MATERIALS

Alva Edy Tontowi ¹⁾, Rochmadi ²⁾, Joko Triyono ³⁾, Punto Dewo⁴⁾

- 1) Jurusan Teknik Mesin Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia
- 2) Jurusan Teknik Kimia Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia
- 3) Jurusan Teknik Mesin Universitas Sebelas Maret, Surakarta, Indonesia
Program Rekayasa Biomedis Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia
- 4) RSU. Dr. Sardjito, Yogyakarta, Indonesia
Corresponding author. Tel: +62 274521673, Fax: +62 274521673,
E-mail: alvaedytontowi@ugm.ac.id

Abstrak

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk melakukan pengujian karakterisasi material foto biokomposit berbasis hidroksiapatit (HA) dari serbuk tulang sapi. Material yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari HA dari serbuk tulang sapi lokal, *Tryethylene glycol dimethacrylate* (TEGDMA) (Aldrich), *Photoinitiator camphorquinone* (Aldrich), dan *silane coupling agent* (Aldrich). Semua bahan ini diaduk dalam *magnetic stirrer*, kemudian setelah larut dan membentuk *slurry* dituang ke dalam cetakan dan dilakukan proses polimerisasi.

Proses polimerisasi material biokomposit dilakukan dengan aktivasi cahaya biru (*blue light curing*) dengan panjang gelombang sinar 410 – 500 nm dan intensitas sinar minimum 300 mw/cm². Penuangan material dilakukan dengan lapis demi lapis hingga diperoleh ketebalan yang diinginkan. Setiap lapis diberi aktivasi sinar biru sehingga material menjadi keras.

Spesimen uji kemudian dilakukan pengujian karakterisasi material yakni XRD, FT-IR dan SEM. Dari hasil uji yang telah dilakukan diperoleh hasil bahwa struktur material foto biokomposit adalah padat dan tidak porous, sehingga berpotensi digunakan sebagai material implan pengganti tulang.

Kata Kunci : karakterisasi material, biokomposit, hidroksiapatit, implan

Pendahuluan

Hidroksiapatit $[HA, Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$ merupakan komponen utama penyusun tulang dan gigi manusia maupun hewan. Komposisi tulang manusia terdiri atas hidroksiapatit yang merupakan bahan penyusun utama yaitu sekitar 69% berat, kolagen 20% berat, air 9% berat, dan sisanya bahan organik seperti protein, polisakarida dan lipid. Hidroksiapatit (HA) dan biokomposit telah lama dilakukan penelitian sebagai material pengganti tulang. Material material ini dipilih karena mempunyai sifat biokompatibilitas yang baik dan mempunyai sifat seperti tulang. Beberapa tahun belakangan, penelitian diarahkan untuk mendapatkan sifat-sifat mekanik yang baik, sifat biokompatibilitas yang semakin baik dan kemudahan fabrikasi. Suchanek dan Yoshimura (1998) telah memperkenalkan proses pembuatan material untuk organ keras tiruan berbasis HA. Nath (2009) telah

mengembangkan material HA baru dari polimer HDPE. Pada penelitian ini, HA dan alumina dengan berbagai fraksi volume maksimum 40 % dikombinasikan dengan matriks HDPE. Proses ini dilakukan pada suhu 130 °C pada tekanan 92 MPa selama 30 menit. Hasil dari penelitian ini adalah nilai modulus elastisitas meningkat (6,2 GPa).

Ruksudjarit dkk (2007) telah membuat material serbuk nanokristalin hidroksiapatit (HA) yang disintesis dari tulang sapi dengan metode *ball mill*. Tulang sapi yang telah dihilangkan protein dan lemak (*deproteinisasi*) dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 3 jam. Produk yang dihasilkan dihancurkan menjadi potongan-potongan kecil dan digiling dalam panci *ball mill* selama 24 jam. Diperoleh hasil bahwa Ca/P rasio dalam bentuk bubuk adalah 1,66 yang mendekati dengan nilai teoritis HA murni.

Gunduz (2008) telah men-sintering Bovine HA yang didoping (ditambah sedikit) ZnO 2,5, 5

dan 10%. Dari uji SEM, XRD, pengukuran densitas, kuat tekan dan uji kekerasan diperoleh data bahwa sifat-sifat mekanik paling baik diperoleh dengan penambahan ZnO 5%. Hasil uji tekan terbaik pada 1200 °C (72 MPa) dan kekerasan pada 1300 °C (548 HV).

Tontowi (2008) telah meneliti karakteristik komposit HA-200 dan photopolymer (pasta (Esthet Xflow). Komposisi HA – 200 yang dilakukan bervariasi mulai dari 10%, 15%, 20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%. Material ini difabrikasi dengan bantuan aktivasi sinar tampak biru dan dilakukan pada suhu kamar. Dengan pengujian DTS diperoleh hasil bahwa material *photopolymer (pasta (Esthet Xflow))* mempunyai kekuatan tarik 29,6 MPa. Peningkatan rasio HA-200 menyebabkan penurunan angka kekuatan tarik. Nilai kekuatan tarik tertinggi diperoleh pada campuran 10% HA-200. Pada penambahan 35% dan 40% HA-200 tidak menyebabkan pengaruh terhadap nilai kekuatan tarik. Dari pengujian SEM diperoleh hasil bahwa struktur material *photopolymer (pasta (Esthet Xflow))* murni tanpa penambahan HA-200 mempunyai *porous* yang lebih rendah dibandingkan material dengan penambahan HA-200.

Jalannya Penelitian

Penelitian dimulai dari men-sintesis HA dari serbuk tulang sapi. Tulang sapi dipotong menjadi bagian kecil-kecil. Serbuk hasil potongan dikumpulkan dan dilakukan proses kalsinasi yakni dipanaskan di dalam *box furnace* hingga suhu di atas 900 °C selama 2 jam. Serbuk kemudian diayak hingga berukuran 45 µm. Hasil dari proses ini diperoleh HA dari serbuk tulang sapi berukuran 45 µm atau 325 mesh.

Langkah berikutnya adalah membuat 2 larutan. Larutan pertama adalah campuran antara monomer TEGDMA + Camphorquinone (L1=30:1), (L2=40:1), (L3=50:1), (L4=60:1), (L5=70:1), (L6=100:1) (% berat seluruh bahan). Larutan kemudian diaduk dalam *magnetic stirrer* selama 1 jam. Larutan kedua dibuat antara BHA + *Coupling agent* (L1=70:2), (L2=60:2), (L3=50:2), (L4=40:2), (L5=30:2), (L6=0:2) (% berat seluruh bahan). Larutan kemudian diaduk dalam *magnetic stirrer* selama 1 jam, ditiris ke dalam kertas saring dan diendapkan selama 12 jam.

Selanjutnya dibuat komposit dari kedua larutan yakni: TEGDMA + CQ + BHA + *Camphorquinone* dan diaduk dalam *magnetic stirrer* selama 1 jam hingga berbentuk bubur. Proses polimerisasi dilakukan dengan menuang material bubur ke dalam cetakan dan diberi sinar biru dengan panjang gelombang 410 – 500 nm selama 40 detik (Susanto, 2005). Pembuatan berbagai bentuk

spesimen uji kemudian dilakukan pengujian karakterisasi material yakni XRD, FT-IR dan SEM.

Bahan Penelitian

Bahan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- HA dari serbuk tulang sapi local
- TEGDMA (*Tri[ethylene glycol] dimethacrilate*) (Aldrich)
- Photoinitiator Camphorquinone* (Aldrich)
- Silane *coupling agent* :
γ-methacryloxypropyltrimethoxysilane (Aldrich)

Peralatan Penelitian

Peralatan penelitian terdiri dari :

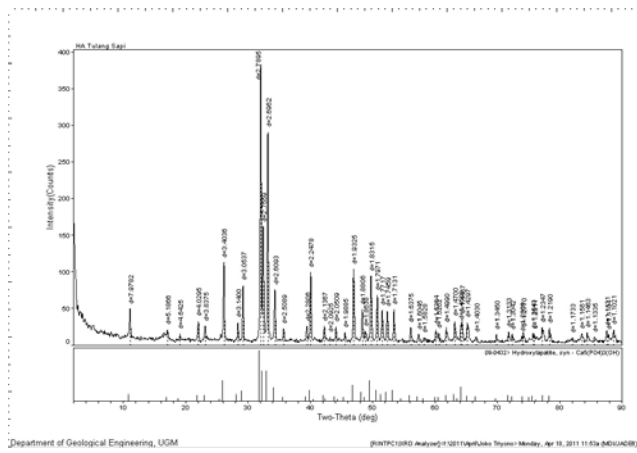
- Timbangan digital
- Gelas Beker
- Gelas Ukur
- Magnetic Stirrer*
- Light Cure Unit* (Penghasil sinar tampak biru)

Hasil dan Pembahasan

Material HA dari serbuk tulang sapi diuji dengan XRD. Tujuannya adalah untuk memastikan bahwa HA sudah terbentuk dari proses kalsinasi.

a. Pengujian XRD

Pengujian dengan mesin *XRD* dilakukan untuk mengidentifikasi material yang dibuat. Pada pengujian XRD, perbedaan jenis kristal dapat diperoleh dengan menganalisis perbedaan intensitas dari sinar-X yang ditembakkan dan dipantulkan kembali. Panjang gelombang dan difraksi hasil pantulan akan berbeda-beda setelah mengenai suatu material bergantung kepada jenis kristal yang dikenainya (Nugroho, 2007). Pemeriksaan *XRD* dilakukan di Laboratorium *XRD* Fakultas Teknik jurusan Teknik Geologi Universitas Gadjah Mada. Gambar 1 menunjukkan pola X-Ray HA dari serbuk tulang sapi.



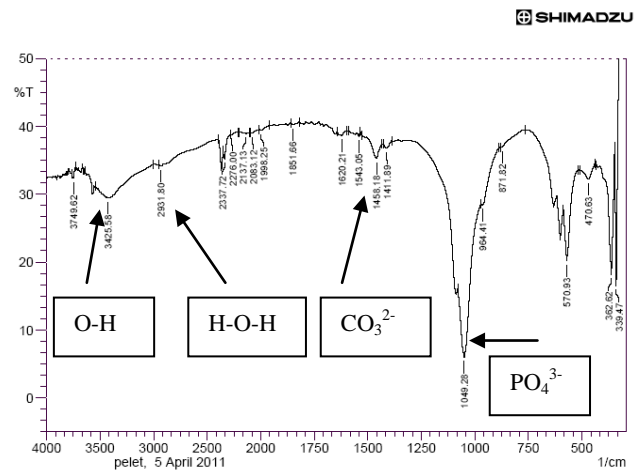
Gambar : Pola difraksi X-ray

- (a) HA serbuk tulang sapi
- (b) Basis data HA dari mesin XRD

Pengujian terhadap sampel dilakukan pada 40 kV, 20 mA, dan Cu-K-alpha 1.54056 Å. Pola yang dihasilkan dari hasil pengujian XRD mirip dengan pola pada HA dari basis data yang ada pada mesin. Hal ini menandakan bahwa HA dari serbuk tulang sapi sudah terbentuk dari proses kalsinasi. Berdasarkan pola pada gambar 1 terlihat bahwa beberapa puncak yang mempunyai intensitas kuat terdapat pada sudut antara $25^{\circ} \leq 2\theta \leq 26^{\circ}$ untuk membentuk bidang Kristal 002 dan sudut antara $31.8^{\circ} \leq 2\theta \leq 34^{\circ}$ untuk membentuk bidang Kristal 211, 112 dan 300. Pola difraksi menunjukkan intensitas yang kuat pada 25.839° (002), 31.859° (211), 33.039° (112), dan 34.099° . Hal ini menandakan bidang kristal 300 (Morales dkk., 2001).

b. Pengujian FT-IR

Pemeriksaan ini bertujuan untuk mengetahui jenis ikatan kimia molekuler dari material uji. Sistem optik spektrofotometer FT-IR (Fourier Transform Infra Red) dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam, sehingga menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak dan jarak cermin yang diam (Nugroho, 2007). Spesimen dalam bentuk pelet lalu dimasukkan pada alat kemudian direkam. Pemeriksaan FTIR dilakukan di Laboratorium Fakultas MIPA Universitas Gadjah Mada. Gambar 2 menunjukkan pola FT-IR dari serbuk HA tulang sapi.



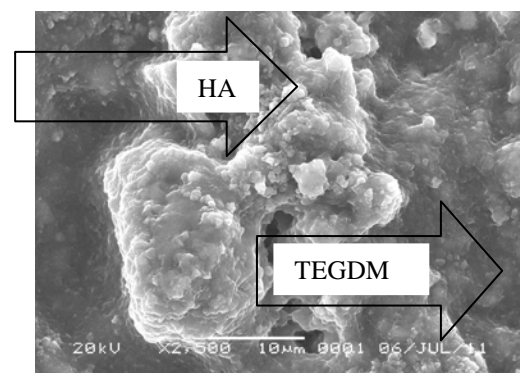
Gambar 2: Pola FT-IR serbuk HA tulang sapi

Berdasarkan hasil pengujian FT-IR terjadi ikatan H-O-H pada 3400 cm^{-1} dan grup OH terjadi pada range 3580 cm^{-1} . Grup PO_4^{3-} terbentuk pada range $1090 - 1030\text{ cm}^{-1}$ dan grup CO_3^{2-} terjadi pada range 1600 cm^{-1} (Morales dkk., 2001).

c. Pengujian SEM

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah suatu mikroskop yang menggunakan tumbukan elektron untuk menganalisis obyek. Pengujian dengan SEM digunakan untuk menganalisis topografi (bentuk permukaan), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi dan kristalografi (susunan atom objek) material penyusun obyek (Nugroho, 2007). Material dalam bentuk serbuk yang halus dan kering dilapisi (sputter) dengan emas sebagai penghantar, setelah itu spesimen dimasukkan dalam holder untuk direkam. Pemeriksaan SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuartir-PPGGL Bandung.

Gambar 3 menunjukkan gambar SEM dari material foto biokomposit.



Gambar 3: Gambar SEM material foto biokomposit

Spesimen yang dilakukan pengujian dengan SEM seperti nampak pada gambar 3 diperbesar dengan 2500x. Nampak pada gambar terdapat ikatan antara

filler (HA serbuk tulang sapi) dengan matriks (TEGDMA).

Photopolymer Composite, Journal of Media Teknik Jurusan Teknik Mesin UGM Vo. -/ No. 4 PP. 550.553, Yogyakarta, 2008

Kesimpulan

Dari penelitian ini disimpulkan sebagai berikut:

- a. Serbuk tulang sapi dapat diproses menjadi hidroksiapatit (HA) dengan proses kalsinasi.
- b. Dari hasil pengujian XRD dapat ditunjukkan bahwa struktur HA dari serbuk tulang sapi mirip dengan basis data pada mesin XRD. Hal ini berarti bahwa HA dari serbuk tulang sapi mirip dengan HA yang ada di pasaran.
- c. Dari hasil uji SEM nampak bahwa struktur material adalah padat dan tidak porous.

Ucapan Terima kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada DP2M Dikti yang telah membantu dalam hibah penelitian Strategis Nasional UGM tahun 2012.

Referensi

- J. Gomes-Morales, J. Torrent-Burgués, Boix, J. Fraile, Rodrigues-Clemente , (2001), precipitation of stoichiometric hydroxyapatite by a continuous methode, *Chryst. Res. Technol*, 15-26.
- Nugroho Novianto, (2007), Pembuatan Komposit Hidroksiapatit-Gelatin untuk Jaringan Tulang, Sekolah Pascasarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Oguzhan Gunduz, Eray M. Erkan, Sibel Daglilar, Serdar Salman , Simeon Agathopoulos, Faik Nuzhet Oktar, 2007, Composites of Bovine Hydroxyapatite (BHA) – ZnO, Springer Science and Business Media.
- Osman-Tolga Harorh, Yusuf-Ziya Bayındır, Zuhail Altunkaynak, Abdulgani Tatar (2009), Cytotoxic Effect of TEGDMA on THP-1 cell in vitro, *Journal Section Oral Medicine and Pathology Bucal*.
- Ryan K. Roeder, Michael M Sproul, Charles H. Turner (2008), Hydroxyapatite whiskers provide improved mechanical properties in reinforced polymer composites
- Ruksudjarit A, K. Pengpat, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, Synthesis and characterization of nanocrystalline hydroxyapatite from natural bovine bone, Dept of Physics, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand; 2007
- Suchanek, and Yoshimura (1998), Processing and Properties of Hydroxyapatite-based Biomaterial for Use of Hard Tissue Replacement Implant, *Journal of Material Research*, Vol. 13 [1], pp 94 - 115.
- Tontowi Alva Edy, 2008, Diametral Tensile Strength and Micro Structure of Hydroxyapatite –