

Studi Pelapisan Titanium dengan Hidroksiapatit yang diekstrak dari Tulang Sapi menggunakan Proses “Ball Milling” dan Pemasanan

Jon Affi^{1,*}, Ryan Restu Aditya¹ dan Gunawarman^{1,**}

¹Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Andalas-Padang, Indonesia

*jon_affi@ft.unand.ac.id

**gunawarman@ft.unand.ac.id

Abstrak

Saat ini pelapisan titanium dengan *hydroxyapatite* telah digunakan untuk memperbaiki ikatan kimia tulang dan otot saat proses penyembuhan pada kasus patah tulang. Pada penelitian ini, pelapisan hasil ekstrak *hydroxyapatite* dari tulang sapi ke titanium Ti₆Al₄V dilakukan menggunakan kombinasi *planetary ball milling* dan sintering. Bola-bola penggiling adalah dari jenis *agate*. Parameter proses yang dipilih adalah dengan kecepatan milling 200 rpm dengan variasi waktu milling 3, 4, dan 5 jam. Temperatur sintering yang dipilih adalah 800°C. Sampel terlapis selanjutnya dikarakterisasi dengan mikroskop optik, *scanning electron microscopy* (SEM), dan *energy dispersive x-ray analysis* (EDX). Dengan menggunakan *ball mill*, titanium berlapis *hydroxyapatite* dapat terbentuk. Semakin lama waktu milling semakin luas dan tebal lapisan *hydroxyapatite* yang menutupi permukaan Ti₆Al₄V.

Kata kunci : Ti₆Al₄V, *hydroxyapatite*, ekstrak tulang sapi, *ball milling*, waktu, tebal lapisan.

Pendahuluan

Seiring meningkatnya jumlah kendaraan maka jumlah kecelakaan lalu lintas setiap tahunnya terus meningkat. Menurut data *Disability adjusted life year* (DALY), kecelakaan lalu lintas adalah penyebab orang menjadi cacat no 9 telah pada tahun 2002 dan telah diprediksi akan menjadi penyebab no 3 pada tahun 2020 [1]. Sedangkan di Negara berkembang, kecelakaan merupakan penyebab orang menjadi cacat no 2 diantara penyebab-penyebab lainnya [2]. Sedangkan di Indonesia sebanyak 70 % korban kecelakaan adalah pengendara motor [3].

Penyebab lain patah tulang adalah osteoporosis. Jumlah penderita osteoporosis di Indonesia diperkirakan oleh Depkes sekitar 19,7% jumlah penduduk. Di beberapa kota seperti Jakarta, medan dan semarang bahkan sudah mencapai 30% dari jumlah penduduk [4]. Tingginya angka kecelakaan lalu lintas dan penderita osteoporosis menjadi penyebab utama tingginya angka patah tulang. Selain itu

patah tulang juga bisa disebabkan oleh bencana alam.

Sampai saat ini, patah tulang dapat disembuhkan dengan cara pemasangan material implan pada bagian tulang yang patah. Implan berguna untuk mengembalikan posisi tulang (*reposisi*) pada kondisi anatominya, dan mempertahankan posisi tersebut (*immobilisasi*) hingga proses penulangan terjadi. Sifat yang harus dimiliki bahan implan diantaranya adalah *bikompatilitas*, *biomekanis* dan dapat *berosseointegrasi* di dalam tubuh. Dengan meningkatnya kasus patah tulang maka kebutuhan akan tulang pengganti (*orthopaedic implants*) juga mengalami peningkatan. Lebih dari 7 juta implan ortopedi telah ditempatkan dalam tubuh manusia, lebih dari satu implantansi *spinal rod* telah dilakukan antara tahun 1980-2000 [5].

Baja tahan karat dan titanium adalah logam yang banyak digunakan sebagai implan. Walaupun baja tahan karat sudah lebih dulu dipakai sebagai implan, titanium

mempunyai beberapa kelebihan seperti lebih kuat dan lebih tahan terhadap beban berulang. Titanium memang memiliki sifat biokompatibilitas yang baik, namun bahan ini kurang bioaktif sehingga osseointegrasi tulang dengan bahan implan masih kurang baik. Untuk meningkatkan sifat bioaktif dari logam implan, diperlukan usaha pelapisan material logam dengan material bioaktif seperti *bio ceramic hydroxyapatite*. Sampai saat ini efektifitas pelapisan terhadap proses penyembuhan pasca fraktur tulang masih banyak diteliti. Di Indonesia metode pelapisan ini bahkan masih baru. Melalui pelapisan ini diharapkan diperoleh material implan yang memiliki sifat bioaktif baik dengan jaringan tubuh. Sifat bioaktif inilah yang akan membantu proses penyembuhan atau *recovery* di dalam tubuh manusia.

Hydroxyapatite (HA) dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah material bio keramik dengan sifat mekanik yang jelek seperti kekuatan yang rendah bila digunakan dalam bentuk batangan (*bulk*). Kombinasi antara HA dan logam menarik untuk digunakan sebagai implan. Logam yang kuat berlapiskan HA merupakan solusi terbaik dalam meningkatkan sifat bioaktif logam implan. Beberapa metoda pelapisan dengan HA telah banyak dilakukan diantaranya *dip coating*, *sputter coating*, *pulsed laser deposition*, *hot pressing*, *hot isostatic pressing*, *electrophoretic deposition*, *thermal spraying* dan *sol-gel* [6]. Masing-masing proses memiliki kelebihan dan kekurangan sesuai dengan kapasitas prosesnya. Salah satu metoda yang dikembangkan di laboratorium Metalurgi Fisik Jurusan Teknik Mesin adalah metoda pelapisan Titanium dengan HA melalui proses *ball milling*. Diperlukan karakterisasi produk implan setelah dilapisi dengan serangkaian pemeriksaan fisik.

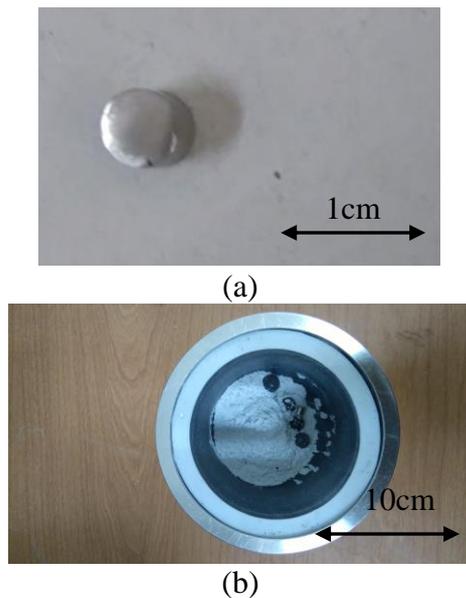
HA adalah bio ceramic yang masih tergolong mahal untuk aplikasi biomedis. Sebagian besar HA yang beredar di Indonesia adalah produk impor. Sedangkan

untuk mendapatkan HA bisa dengan cara ekstraksi dari bahan yang tersedia melimpah di Indonesia. Bahan-bahan yang dapat di ekstrak sehingga menghasilkan HA diantaranya: tulang sapi, tulang ikan, gipsum, kalsit, cangkang kerang dan cangkang telur [7].

Metodologi

Logam implan yang digunakan pada penelitian ini adalah Titanium Ti6Al4V Eli. Sampel *as received* dalam bentuk batangan berdiameter 5mm kemudian dipotong sehingga berukuran panjang 5 mm seperti ditunjukkan pada gambar 1.a. Serbuk tulang sapi yang digunakan adalah dari hasil ekstraksi tulang sapi melalui tahapan proses seperti dijelaskan pada penelitian sebelumnya [8] dan ditunjukkan pada Gambar 1.b Serbuk tulang sapi dan potongan titanium diproses dengan *Pulverisette 6 Classic Line Fritsch Planetary Mono Mill*. Waktu penggilingan yang digunakan adalah 15 menit sedangkan variasi pengulangan dilakukan 12kali, 16kali dan 20 kali. Jika dijumlahkan maka variasi waktu penggilingan adalah 3 jam, 4 jam, dan 5 jam. Parameter proses yang digunakan pada penggilingan adalah 200 rpm dengan 10 ball jenis agate (@ 1,45 gram) dengan diameter 10 mm. Selama proses penggilingan terjadi tumbukan titanium dengan agate yang diantaranya terdapat HA. HA akan menempel ke titanium setelah beberapa waktu.

Setelah pelapisan dengan HA, titanium ditiup untuk memastikan adanya ikatan HA dan titanium. Selanjutnya lapisan HA di sinter menggunakan tungku vacuum *Ney Ceramfires* sampai suhu 800°C dengan laju 3°C /menit dan ditahan selama dua jam pada suhu tertinggi. Tujuan sintering ini adalah membentuk ikatan antar butir HA yang sudah menempel.



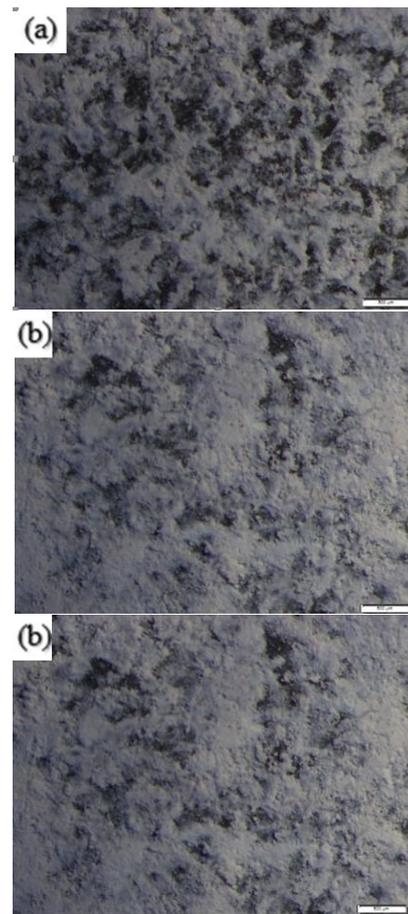
Gambar 1. Sampel titanium (a) dan serbuk tulang sapi (b)

Karakterisasi lapisan HA pada titanium selanjutnya diamati menggunakan mikroskop Olympus SZX10 untuk menghitung ketebalan lapisan yang terbentuk. Luas permukaan titanium yang dilapisi HA dihitung menggunakan open source program imageJ. Selanjutnya karakterisasi lapisan HA dilakukan dengan EDX horiba yang terpasang pada SEM Hitachi SN 3400N. Gambar dari SEM pada penampang terpotong titanium terlapisi digunakan untuk klarifikasi ketebalan lapisan.

Hasil dan Diskusi

Luas daerah terlapisi

Pelapisan titanium dengan HA telah berhasil dilakukan. Gambar 2 menunjukkan permukaan titanium yang dilapisi HA setelah 3 jam (a), 4 jam (b) dan 5 jam (c). Terlihat jelas bahwa waktu proses sangat mempengaruhi luas area yang bisa dilapisi. 3 jam proses menyisakan cukup besar area yang tidak terlapisi. Hasil penghitungan dengan imageJ diperoleh rata-rata luasan yang dilapisi HA adalah seperti table 1.

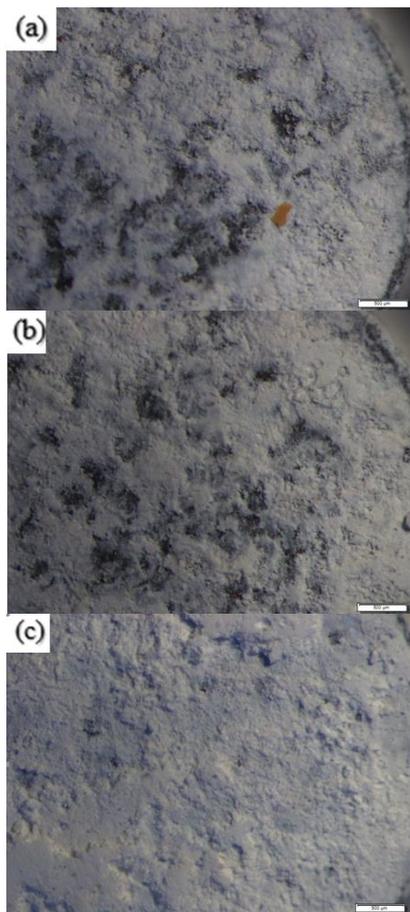


Gambar 2. Permukaan titanium setelah dilapisi dengan HA dengan proses ball milling (a) 3 jam, (b) 4 jam, (c) 5 Jam

Setelah proses sintering, kembali dilakukan pengamatan luasan yang terlapisi. Tidak ada perubahan menyolok dari jumlah prosentasi area yang terlapisi. Namun, morfologi lapisan lebih kompak seperti terlihat pada Gambar 3. Proses sintering telah menjadikan lapisan HA lebih kontinu setelah masing-masing butir berdekatan saling berikatan.

Tabel 1. Luas rata-rata dalam % Titanium yang terlapisi HA

No	Waktu ball milling (jam)	% Area
1	3	91.1
2	4	98.6
3	5	100



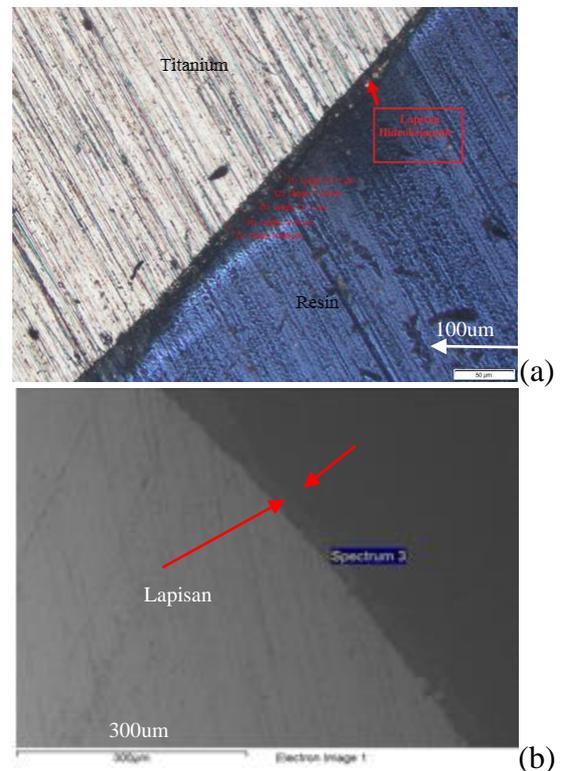
Gambar 3. Permukaan titanium setelah dilapisi dengan HA dengan proses ball milling (a) 3 jam, (b) 4 jam, (c) 5 Jam kemudian di sintering dalam tungku vacuum.

Ketebalan lapisan

Hasil pengukuran ketebalan lapisan dilakukan dengan mbingkai titanium dalam resin kemudian dilakukan proses penyiapan sampel metalografi secara hati-hati dengan pengamplasan, pemolesan. Selanjutnya pengukuran ketebalan lapisan dari penampakan mikrostruktur menggunakan mikroskop optic dan SEM.

Gambar 4 menunjukkan dengan jelas bahwa ketebalan lapisan dapat diukur dengan skala yang nyata pada mikroskop optic dan SEM. Pengukuran dilakukan sepanjang garis batas antara titanium dan resin kemudian dirata-ratakan. Hasil pengukuran disimpulkan pada Tabel 2. Waktu optimum 5 jam telah menghasilkan

100 % area terlapisi dengan ketebalan 21.8 μm



Gambar 4. Pengukuran ketebalan lapisan (a) dengan mikroskop optik (b) dengan SEM

Tabel 2. Ketebalan rata-rata HA pada titanium

No	Waktu ball milling (jam)	Ketebalan (μm)
1	3	13.2
2	4	15.3
3	5	21.8

Bila dibandingkan dengan proses pelapisan yang lain, proses menggunakan ball mill cukup menjanjikan ketebalan yang bisa dicapai melebihi proses-proses yang lain. Tabel 3, menunjukkan ketebalan lapisan dengan beberapa proses yang bisa dilakukan menggunakan *bio ceramic*.

Tabel 3. Perbandingan ketebalan Lapisan bioceramic pada berbagai proses [6]

Teknik Pelapisan	Ketebalan Lapisan
Pulsed laser deposition	0.05–5 μm
RF magnetron sputtering	0.2–1 μm
Electrospray deposition	0.1–2 μm
Sol-gel deposition	<1 μm
Plasma spraying	30–200 μm
Electrophoretic deposition	0.1–2 mm
Ball Mill	13,2–21,8 μm

Ketebalan lapisan menggunakan ball mill belum cukup untuk bisa diaplikasikan sebagai bahan implant. Dari gambar 4 terlihat jelas bahwa ketebalan yang dihasilkan belum merata pada seluruh permukaan. Ada bagian yang cukup tebal namun ada juga bagian yang tipis. Perlu kajian dan percobaan lebih banyak lagi terhadap beberapa parameter yang digunakan. Pengaruh kecepatan putar dan perbandingan jumlah volume HA dan Agate perlu diklarifikasi untuk menentukan jumlah yang paling optimum.

Tabel 4. Komposisi unsur-unsur ekstrak tulang sapi.

Unsur	% wt	% atom
O	35.4	55.23
Al	2.2	2.04
Si	0.58	0.52
P	17.1	13.86
Ca	44.75	28.04

Disamping itu, bentuk sampel yang dilapisi dengan metoda ini juga terbatas. Bentuk-bentuk yang rumit dan ukuran besar tentu menjadi keterbatasan selama proses pelapisan. Disamping itu, lamanya waktu proses ball mill dan sintering akan menjadi pertimbangan khusus untuk bisa digunakan sebagai proses pelapisan.

Pemeriksaan EDX telah membuktikan bahwa kandungan unsur-unsur dalam ekstrak tulang sapi adalah memang unsur-unsur pembentuk hydroxyapatite seperti di rangkum dalam Table 4.

Kesimpulan

Proses ball milling untuk mendapatkan titanium terlapis HA telah berhasil dilakukan dengan parameter proses yaitu pada putaran 200 rpm selama 5 jam dan pemanasan ditungku vakum, diperoleh seluruh bagian titanium bisa dilapisi dengan ketebalan hingga 21.8 μm . Namun proses ini masih perlu kajian dari segi biaya dan distribusi ketebalan lapisan.

Referensi

- [1] Nantulya VM, Reich MR. The neglected epidemic: road traffic injuries in developing countries. *BMJ* 2002; 324: 1139-41.
- [2] Coats TJ, Davies G. Prehospital care for road traffic casualties. *BMJ* 2002; 324: 1135-8
- [3] Suwandono A. Road traffic collision in urban Indonesia, epidemiology and policy opportunities. Jakarta Badan penelitian dan Pengembangan Kesehatan, Departemen Kesehatan RI; 2002.
- [4] Setiyohadi B. Osteoporosis. In: Sudoyo WA, Setiyohadi B, Alwi I, Simadibrata KM, Setati S. Editors. *Buku Ajar Ilmu Penyakit Dalam Jilid III Ed. 5*. Jakarta : Interna Publising, 2009. Hal ; 2650
- [5] Abdel-Hady Gepreel, Mohamed, Mitsuo Niinomi, *Biocompatibility of Ti-Alloys for Long-Term Implantation*, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. (2013)
- [6] Azom, Hydroxyapatite - Hydroxyapatite Coatings An Overview, : <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1405> diakses tanggal 24 Juni 2016.

- [7] Melisa Indriyani, Optimasi Parameter Proses Pembuatan Servuk Bovine Hydroxyapatite dengan menggunakan Ball Milling, Skripsi, Teknik Industri-UGM, 2014
- [8] R Paskarino, Jon Affi, and Gunawarman, Mechanical Properties and Microstructure of Artificial Bone Prototype Made of Bovine Bone Powder by Mixing Method, Journal of Ocean, Mechanical and Aerospace, 23, 2015