

FABRIKASI KERAMIK HIDROKSIAPATIT BERPORI DENGAN MENGGUNAKAN SPACE HOLDER ALAMI

Gunawan*, Amir Arifin dan Aditya Nur Hidayat

Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Sriwijaya -Inderalaya

*Corresponding author: gunawan@unsri.ac.id

Abstrak. Fabrikasi keramik hidroksiapatit dengan menggunakan material *space holder* yang bervariasi telah dilakukan untuk mendapatkan data mengenai sifat mekanik, sifat fisik dan karakteristik hidroksiapatit berpori. Rasio campuran sebesar 4 : 1 atau dalam takaran massa sebesar 100 gram bubuk hidroksiapatit (200 μ m) dan 25 gram bubuk *space holder* (200 μ m), digunakan dengan perbandingan rasio yang sama untuk tiap variasi *space holder*. Proses mixing bubuk hidroksiapatit dengan bubuk *space holder* menggunakan ball mill motor listrik GROSCHOFF Viersen FRG dengan kecepatan putaran milling sebesar 225 rpm selama 1 jam yang kemudian dilakukan proses kompaksi dengan tekanan sebesar 2000 Psi selama 10 menit. Spesimen uji yang telah dikompaksi berbentuk silinder tersebut kemudian melalui proses sintering pada suhu 1200°C. Data pengujian kekuatan mekanik melalui uji tekan menunjukkan kekuatan mekanik pada variasi *space holder* kacang hijau dan ubi jalar adalah sebesar 8,20 dan 8,54 Mpa. Rata-rata *shrinkage* yang terjadi sebesar 14,48% (kacang hijau) dan 24,26% (ubi jalar). Nilai porositas rata-rata keramik hidroksiapatit berpori variasi *space holder* kacang hijau sebesar 43,29% dan 39,65% untuk *space holder* ubi jalar. Melalui pengujian XRD teridentifikasi kesamaan fasa hidroksiapatit sebanyak 14 peaks, fasa β -TCP sebanyak 7 peaks dan α -TCP sebanyak 2 peaks disertai kesamaan antara pola spektrum ketiga variasi keramik hidroksiapatit berpori dengan pola spektrum acuan (ICDD-JCPDS). Pengamatan struktur mikro melalui karakterisasi SEM (Scanning Electron Microscopy) diketahui bahwa ukuran pori yang terbentuk tidak seragam yaitu berkisar antara 2,55 μ m hingga 47,47 μ m

Kata kunci: Hidroksiapatit, Berpori, *Space Holder*, Kekuatan Tekan, Porositas

© 2018. BKSTM-Indonesia. All rights reserved

Pendahuluan

Tulang sapi memiliki nilai ekonomi yang begitu rendah bahkan dikategorikan sebagai limbah yang berasal dari industri rumah pemotongan hewan maupun rumah makan. Sampah biologi (*biowaste*) seperti tulang sapi memiliki ketersediaan yang cukup besar dan dapat digunakan sebagai sumber hidroksiapatit (HA) yang sangat berguna dalam aplikasi biomedik. Pemanfaatan HA sebagai pengganti tulang manusia yang rusak dikarenakan oleh sifat hidroksiapatit yang memiliki kemiripan dengan komponen pada organ tubuh manusia seperti tulang dan gigi.

Tulang merupakan suatu jaringan kompleks dengan banyak fungsi, sebagai sistem penggerak dan pelindung tubuh. Tulang mempunyai sifat keras, kuat dan kaku. Struktur tulang sapi pada prinsipnya sama dengan tulang lainnya yaitu terbagi menjadi bagian epiphysis dan diaphysis [1]. Komposisi tulang sapi yang terdiri dari 93% hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) dan 7% β -tricalcium phosphate ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, β -TCP [2].

Komposisi kimia tulang sapi terdiri dari zat anorganik berupa Ca, P, O, H, Na dan Mg, dimana gabungan reaksi kimia unsur-unsur Ca, P, O, H merupakan senyawa apatite mineral sedangkan Na dan Mg merupakan komponen zat anorganik

penyusun tulang sapi dengan suhu titik lebur tulang sapi sebesar 1227 K [3].

Hidroksiapatit memiliki biokompatibilitas dan dapat tumbuh serta berkembang bersama-sama dengan tulang asli. Keramik berpori sudah digunakan dalam bidang kesehatan terutama untuk tulang implan. Untuk dapat digunakan sebagai tulang implan, keramik harus mempunyai pori dengan struktur terbuka (*open pore*). Pori terbuka tersebut berguna untuk pertumbuhan sel tulang dan transportasi zat-zat makanan yang diperlukan tubuh. *Space holder* digunakan sebagai material pengisi ruang sementara untuk menciptakan rekayasa pori didalam spesimen uji sehingga diharapkan terbentuknya ruang-ruang berukuran kecil didalam material keramik hidroksiapatit berpori ini setelah dilakukan proses sintering. Penggunaan *space holder* yang berbeda juga akan berdampak pada karakter mekanik dan fisik yang berbeda

Hidroksiapatit berpori saat ini sudah menjadi kebutuhan yang mendasar bagi rekonstruksi tulang yang patah atau retak. Pori yang terbentuk berfungsi sebagai media pembentukan jaringan sel tulang yang tumbuh. Hidroksiapatit berpori umumnya dibuat melalui pembentukan komposit hidroksiapatit dengan polimer atau bahan organik,

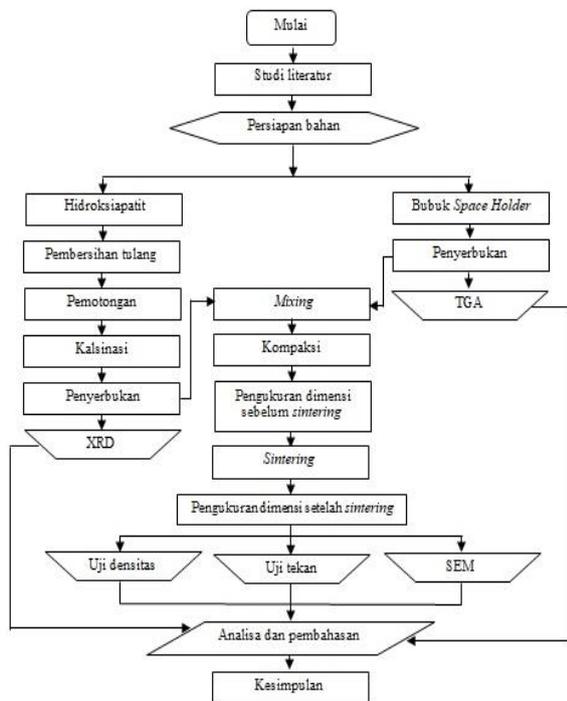
yang biasa disebut porogen, kemudian diteruskan dengan sintering sehingga bahan organiknya hilang [4].

Pada umumnya *space holder* memiliki beberapa keunggulan seperti bahan yang mudah didapatkan dan murah, serta memiliki parameter yang sesuai dengan kebutuhan uji sehingga dapat dihasilkan karakteristik mekanik sesuai dengan yang diharapkan. Akan tetapi didalam proses pembuatan keramik hidroksiapatit berpori dengan variasi *space holder* ini digunakan tiga buah variasi *space holder* yang berbeda sehingga karakteristik kekuatan mekanik serta struktur material disetiap spesimen uji akan berbeda sesuai *space holder* yang digunakan.

Pada penelitian ini fabrikasi keramik hidroksiapatit dengan menggunakan material *space holder* yang bervariasi telah dilakukan dilakukan untuk mendapatkan data mengenai sifat mekanik, sifat fisik dan karakteristik hidroksiapatit berpori.

Metode Penelitian

Tahapan penelitian dalam fabrikasi keramik hidroksiapatit berpori kali ini digambarkan melalui diagram alir penelitian pada gambar 1 berikut ini.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

Bahan baku untuk *space holder* yang kacang hijau dan ubi jalar didapatkan dari pasar diwilayah Kota Palembang dan Indralaya yang kemudian diolah secara mandiri. Pertama-tama bahan baku khusus untuk *space holder* yang berasal dari ubi dan kacang hijau

dibersihkan, kemudian dipotong menjadi ukuran yang lebih kecil untuk memudahkan proses pembuatan serbuk. *Space holder* kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari untuk mengurangi kadar air dan dihancurkan mortar sampai halus. Terakhir serbuk *space holder* diayak hingga didapatkan ukuran partikel sebesar 200µm seperti terlihat pada gambar 2.

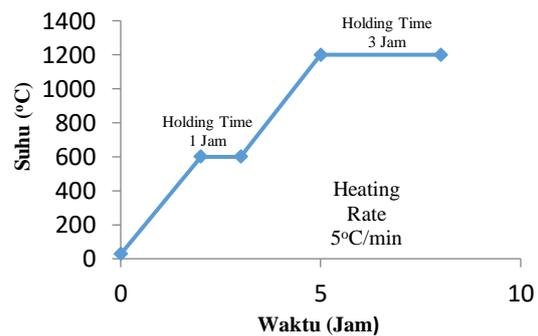


Gambar 2. Proses Sieving/ Pengayakan

Pembuatan hidroksiapatit berpori diawali dengan menyiapkan bubuk hidroksiapatit dan tepung *space holder*, kemudian mencampurkan bubuk hidroksiapatit dan tepung *space holder* (*mixing*) dengan kecepatan putaran sebesar 225 rpm selama 1 jam menggunakan ball mill motor listrik GROSCHOFF Viarsen FRG (gambar 3)



Gambar 3. Ball Mill Motor Listrik



Gambar 4. Grafik Skema Sintering 1200°C

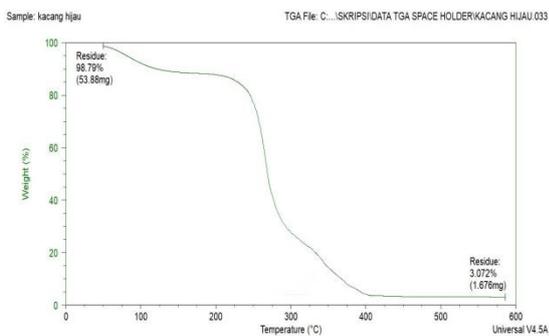
Setelah proses pencampuran dilanjutkan dengan mencetak hasil campuran dengan memberikan tekanan sebesar 2000 psi kepada cetakan dengan menggunakan alat kompaksi. Hasil cetakan didiamkan selama 10 menit dibawah tekanan untuk mendapatkan kerapatan partikel yang lebih baik [3]. Kemudian proses dilanjutkan dengan memasukan

cetakan spesimen uji kedalam *furnace* untuk memulai proses sintering . Parameter *sintering* yang digunakan adalah pada suhu 1200°C dengan *heating rate* sebesar 5°C/min dan *holding time* selama 3 jam. Skema sintering dapat dilihat pada gambar 4.

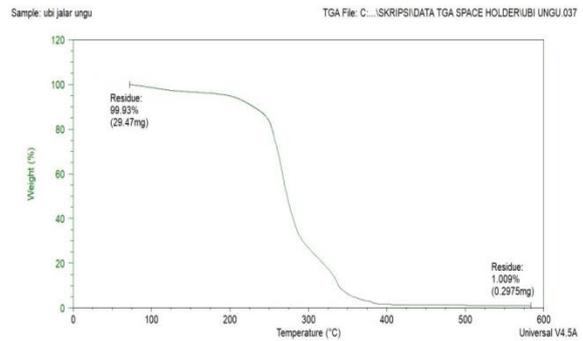
Untuk mengetahui kekuatan mekanik dari material keramik hidroksiapatit berpori dengan variasi *space holder* yang digunakan sebagai tulang implan biomedik, metode pengujian yang dilakukan Penulis adalah dengan menggunakan pengujian tekan, pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM), pengujian *Thermo Gravimetric Analyzer* (TGA), pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD), pengujian densitas dan porositas. Uji tekan adalah cara untuk mengetahui sifat mekanik suatu bahan. Dalam hal ini adalah kuat tekan bahan. Pada pengujian ini penulis menggunakan alat uji BONGSHIN *Hydraulic Universal Material Tester* di Gedung Jurusan Teknik Mesin, Politeknik Sriwijaya, Bukit Besar, Palembang.

Hasil dan Pembahasan

Pengujian dengan menggunakan TGA dilakukan pada sampel variasi *space holder*. Diketahui massa sampel yang diuji sebesar 29,489 mg (bubuk ubi jalar) dan 54,546 mg (bubuk kacang hijau). Rentang temperatur pada pengujian ini berada pada suhu 50°C hingga 600°C dengan *heating rate* 10°C/min. Grafik dianalisa dan ditampilkan dengan bantuan *software TA Universal Analysis V4.5A*.



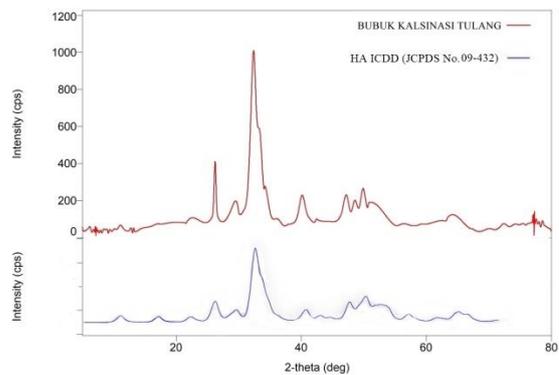
Gambar 5. Grafik Hasil Pengujian TGA Bubuk Kacang Hijau



Gambar 6. Grafik Hasil Pengujian TGA Bubuk Ubi Jalar

Dari hasil pengujian ini juga dapat diketahui bahwa pada saat proses dekomposisi unsur-unsur yang terkandung pada sampel uji telah selesai dan sampel uji berubah menjadi abu maupun arang maka grafik penurunan persentase berat terjadi sangat lambat dan tidak signifikan lagi bahkan grafik terkesan hampir mendekati stagnan seperti terlihat pada gambar 5 dan 6.

Pengujian *X-Ray Diffraction* tahap pertama dilakukan pada bubuk hasil proses kalsinasi tulang sapi, hal ini dilakukan untuk memverifikasi fasa kristalin yang terbentuk dengan cara melakukan perbandingan profil karakterisasi *X-Ray Diffraction* yang didapatkan dari pengujian dengan profil XRD hidroksiapatit murni *database International Centre For Diffraction Data* (ICDD) (JCPDS Card No. 09-432) sebagai pola spektrum acuannya.



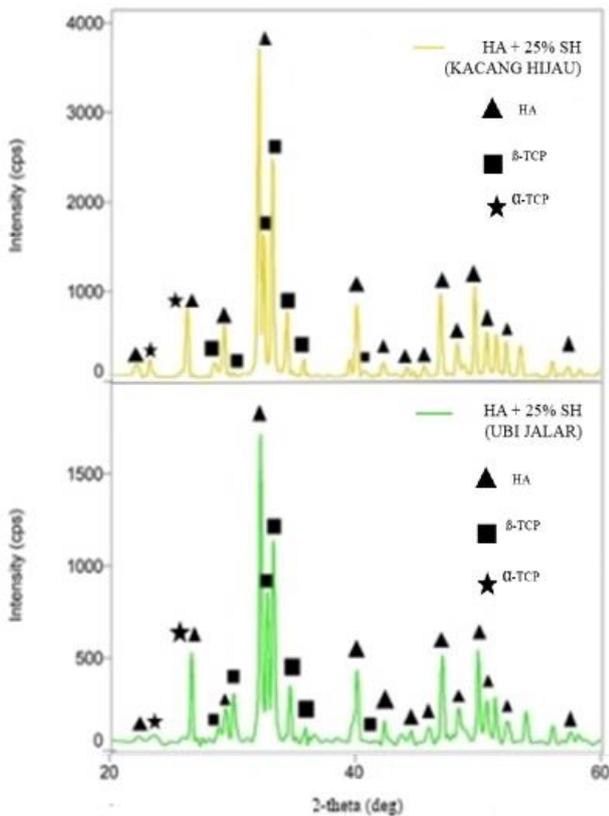
Gambar 7. Pola Spektrum XRD Bubuk Tulang Sapi Kalsinasi 600°C

Kemiripan posisi titik-titik puncak (*peaks*) pada besaran sudut (*diffraction*) sinar x (*2θ-degree*) mengenai perbandingan hasil XRD kalsinasi dengan standar ICDD dapat dilihat pada tabel 1 berikut :

Tabel 1. Perbandingan Hasil XRD Kalsinasi Tulang Sapi 600°C Dengan Standar ICDD JCPDS Card No. 09-432

Kalsinasi 600 °C		ICDD (JCPDS No. 09-432)	
2-theta(deg)	Int. I (cps)	2-theta(deg)	Int. I (%)
26.27	92	25.879	40
29.61	89	28.967	18
32.43	1281	31.774	100
40.19	112	40.453	2
51.52	399	51.285	12
64.65	87	64.080	13

Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) tahap kedua dilakukan pada bubuk spesimen keramik hidroksiapatit berpori yang telah di *sintering* pada temperatur 1200°C. Setelah proses *sintering* pada temperatur 1200°C, fasa hidroksiapatit terdekomposisi menjadi α -TCP dan β -TCP yang ditandai dengan meningkatnya jumlah *peaks* α -TCP dan β -TCP pada hasil XRD. α -TCP dan β -TCP cenderung memiliki kekuatan mekanik yang rendah dan β -TCP merupakan fasa yang mudah terdegradasi. Perbandingan pada pengujian ini menggunakan profil karakterisasi XRD *database International Centre For Diffraction Data* (ICDD) (JCPDS Card No. 09-432) untuk hidroksiapatit, (JCPDS Card No. 09-169) untuk β -TCP dan (JCPDS Card No. 09-348) untuk α -TCP. Selain itu penulis juga menggunakan gambar pola spektrum HA, β -TCP dan α -TCP yang terdapat pada jurnal [8] dan [9] sebagai acuan dalam mengkarakterisasi persamaan pola spektrum XRD.

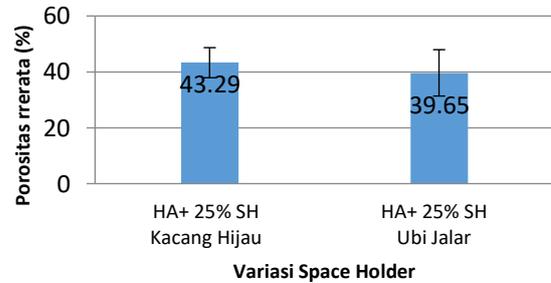


Gambar 8. Pola Spektrum XRD Pada Ketiga Variasi *Space Holder*

Dari gambar 8. terlihat setelah mengalami proses *sintering*, fasa hidroksiapatit pada kedua sampel dengan *space holder* berbeda terdekomposisi menjadi fasa β -TCP dan α -TCP.

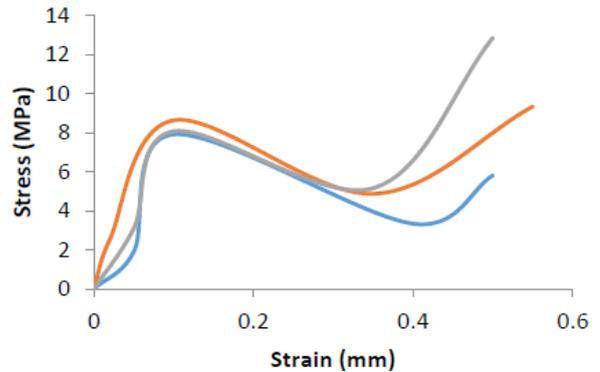
Setelah dilakukan pengujian dengan menggunakan teori Archimedes pada spesimen uji maka diketahui bahwa nilai porositas rata-rata keramik hidroksiapatit berpori variasi *space holder* kacang hijau sebesar 43,29%, dan pada variasi *space holder* ubi jalar sebesar 39,65%. Seperti terlihat pada gambar 9.

Mengacu kepada penelitian sebelumnya [10], dari ketiga jenis variasi *space holder* yang digunakan terlihat bahwa keramik hidroksiapatit berpori dengan variasi *space holder* kacang hijau yang mempunyai nilai porositas 43,29% paling mendekati persentase nilai porositas efektif untuk pertumbuhan sel tulang dengan baik yaitu sekitar 70%.

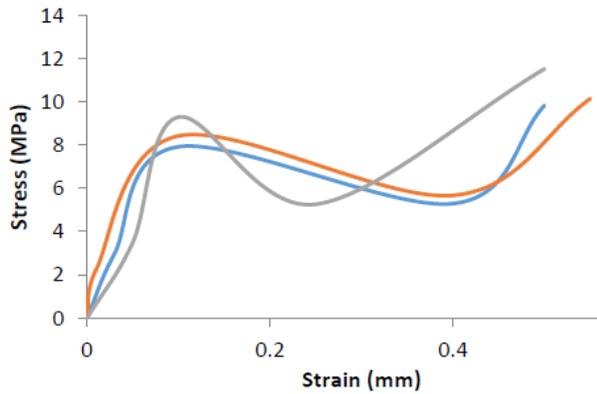


Gambar 9. Grafik Porositas Keramik Hidroksiapatit Berpori

Kurva tegangan dan regangan dari keramik hidroksiapatit berpori pada sample-sample dengan beberapa variasi *space holder* dapat dilihat pada gambar 10 dan 11.

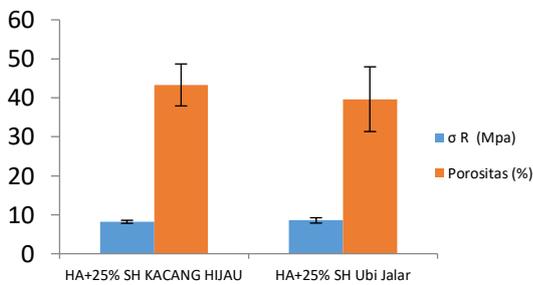


Gambar 10. Kurva Tegangan Regangan Variasi Kacang Hijau



Gambar 11. Kurva Tegangan Regangan Variasi Ubi Jalar

Dengan mengacu kepada hasil pengujian tekan dan perhitungan porositas, grafik perbandingan antara besaran rata-rata kekuatan tekan dan besaran rata-rata porositas hasil pengujian dapat dilihat pada gambar 12. Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa semakin kecil porositas maka kekuatan tekan akan bertambah. Semakin *porous* suatu sampel maka nilai kuat tekannya semakin rendah [11]. Pada keramik hidroksiapatit berpori variasi *space holder* kacang hijau dengan rata-rata porositas sebesar 43,29% memiliki besaran rata-rata kekuatan mekanik terendah yaitu sebesar 8,20 MPa diikuti oleh variasi *space holder* dengan rata-rata porositas sebesar 39,65% dan besaran rata-rata kekuatan mekanik sebesar 8,54 MPa

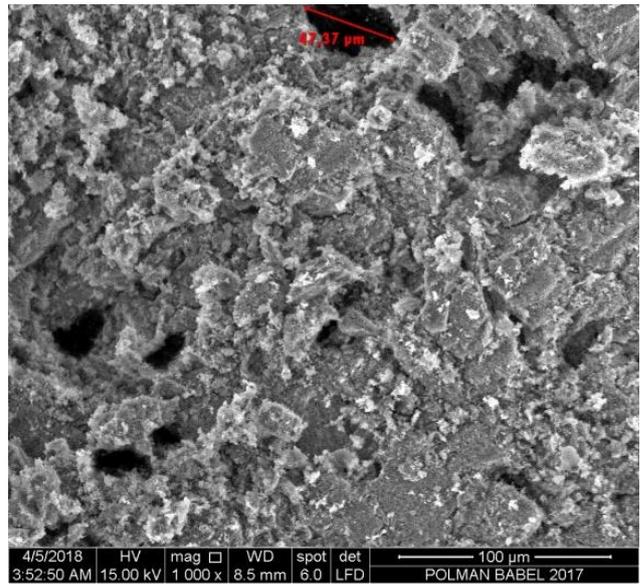


Gambar 12. Grafik Hubungan Kekuatan Mekanik Dengan Porositas Keramik Hidroksiapatit Berpori

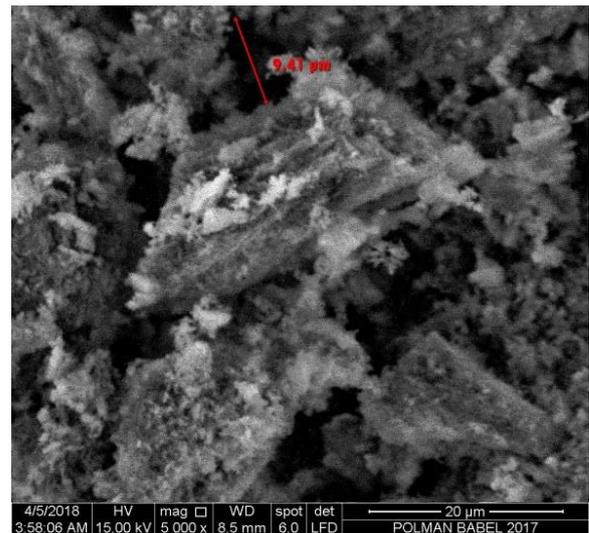
Mengacu kepada [10], dari ketiga jenis variasi *space holder* yang digunakan terlihat bahwa semua sampel uji keramik hidroksiapatit berpori telah memenuhi nilai kekuatan tekan efektif untuk digunakan sebagai bahan *implant* tulang yang berkisar antara 7,5 – 40 MPa.

Pengujian Scanning Electron Microscopy pada penelitian ini menggunakan alat uji FEI Inspect S50 dengan melakukan pengamatan pada sampel uji keramik hidroksiapatit berpori dengan *space holder* ubi jalar Hasil Pemeriksaan SEM Perbesaran dilakukan pada 1000x dan 5000x perbesaran

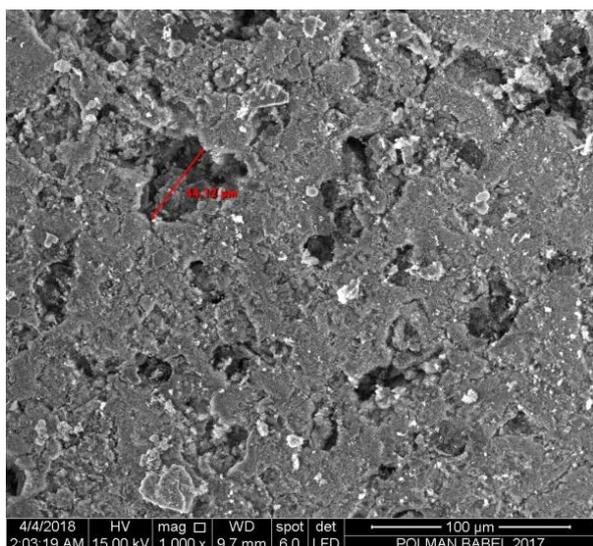
pada dua titik pengamatan seperti terlihat pada gambar 13 sampai 16.



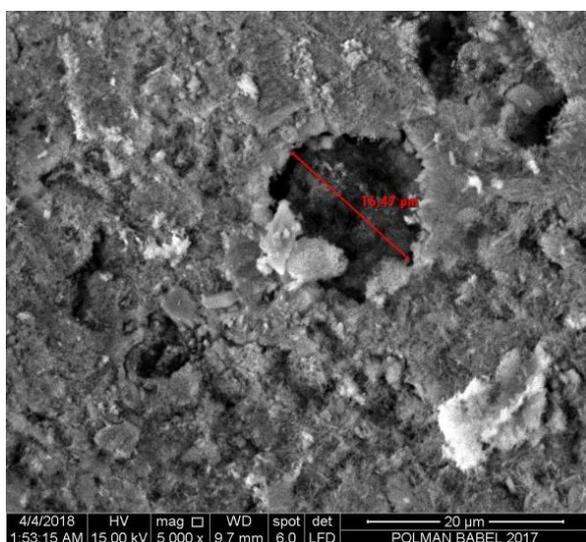
Gambar 13. Pengamatan Scanning Electron Microscopy Titik 1 Dengan Perbesaran 1000x



Gambar 14. Pengamatan Scanning Electron Microscopy Titik 1 Dengan Perbesaran 5000x



Gambar 15. Pengamatan Scanning Electron Microscopy Titik 2 Dengan Perbesaran 1000x



Gambar 16. Pengamatan Scanning Electron Microscopy Titik 2 Dengan Perbesaran 5000x

Dari hasil pengamatan di 2 titik pada sampel uji yang sama, dapat diketahui bahwa banyak terdapat pori yang terbentuk pada sampel uji keramik hidroksiapatit berpori ini namun dengan ukuran pori yang tidak seragam. Ukuran pori berkisar antara 2,55 μm hingga 47,47 μm . Bentuk butir terlihat tidak memiliki bentuk yang jelas. Hasil pengamatan SEM ini membuktikan bahwa *space holder* yang terbakar pada saat proses *sintering* pada temperatur 1200°C telah menyisakan ruang kosong dan pori terbuka. Pori yang terbentuk tersebut kemudian digunakan sebagai tempat pertumbuhan tulang dan jalur distribusi mineral apabila diaplikasikan sebagai material *implant* tulang pada tubuh manusia. Ukuran diameter pori yang efektif untuk pertumbuhan sel tulang berkisar antara 100-400 μm [10].

Kesimpulan

Dari data hasil pengujian dan pengamatan yang telah dilakukan maka didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Kekuatan mekanik dimiliki oleh keramik hidroksiapatit berpori dengan variasi *space holder* kacang hijau dan ubi jalar sebesar 8,20 dan 8,54 MPa. Semua sampel uji keramik hidroksiapatit berpori yang sudah melalui pengujian tekan telah memenuhi nilai kekuatan tekan efektif untuk digunakan sebagai bahan *implant* tulang.
2. Nilai porositas rata-rata keramik hidroksiapatit berpori variasi *space holder* kacang hijau sebesar 43,29%, dan pada variasi *space holder* ubi jalar sebesar 39,65%.
3. Telah teridentifikasi kesamaan fasa hidroksiapatit sebanyak 14 peaks, fasa β -TCP sebanyak 7 peaks dan α -TCP sebanyak 2 peaks disertai kesamaan antara pola spektrum ketiga variasi keramik hidroksiapatit berpori dengan pola spektrum acuan.
4. Pada pengamatan struktur mikro yang telah dilakukan pada 2 titik pengamatan dengan perbesaran 1000x dan 5000x diketahui bahwa ukuran pori yang terbentuk tidak seragam yaitu berkisar antara 2,55 μm hingga 47,47 μm .
5. Keramik hidroksiapatit berpori terbaik yang paling efektif digunakan dalam proses *implant* tulang dilihat dari segi kekuatan mekanik dan besaran nilai porositas yang paling mendekati standar pertumbuhan tulang yang baik adalah keramik hidroksiapatit berpori dengan variasi material *space holder* kacang hijau.
6. Besaran nilai porositas pada keramik hidroksiapatit berpori akan mempengaruhi kekuatan mekaniknya. Semakin besar porositas maka kekuatan mekaniknya akan semakin menurun.

Penghargaan

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Rektor Universitas Sriwijaya yang telah mendukung penelitian ini.

Referensi

- [1] Rachmania, A. (2012). Preparasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Kombinasi Ultrasonik dan Spray Drying. (Magister), Universitas Indonesia, Depok.
- [2] Ooi, C. Y., Hamdi, M., Ramesh, S. (2007). Properties of Hydroxyapatite Produced by

- Annealing of Bovine Bone. *Ceramics International*, 33, 1171-1177.
- [3] Sontang, M. (2000). Optimasi hydroxyapatite dalam tulang sapi melalui proses sintering. (Magister). Universitas Indonesia, Depok.
- [4] Sopyan, I., Melm ., Rameshs ., Khalidk.A. (2007). *Science Technology Advanced Material*. 116-123.
- [5] Hilmi, I., Rinastiti, M., herliansyah, M.K. (2011). Synthesis of Hydroxyapatite from Local Bovine Bones for Biomedical Application. Paper presented at the 2011 International Conference on Instrumentation, Communication, Information Technology and Biomedical Engineering, Bandung, Indonesia.
- [6] Sanusi, D. (2013). Analitik Instrumen X-Ray Diffraction. *Material Science Instrument*, 2, 155-167.
- [7] Barsoum, M. (1997). *Fundamentals of Ceramic* (Vol. 2). New York: Mc Graw-Hill Companies.
- [8] Gunawan, G., Sopyan, I., Naqshbandi, A., Suryanto.,. (2014). Zinc-doped Biphasic Calcium Phosphate NanoPowders Synthesized via Sol-Gel Method. *Indian Journal of Chemistry*, 53A, 152 – 158.
- [9] Ginebra, J., Planell, J.A., DeMaeyer E.A.P. (1997). Setting Reaction and Hardening of an Apatitic Calcium Phosphate Cement. *J Dent Res*, 4, 905-912.
- [10] Nurmanta, D. A., Izak, D. (2012). Optimasi Parameter Waktu Sintering Pada Pembuatan Hidroksiapatit Berpori Untuk Aplikasi Bone Filler Pada Kasus Kanker Tulang (Osteosarcoma), Skripsi, Universitas Airlangga.
- [11] Rahmah, J., Hikmawati, D. (2012). Pengaruh Variasi Lama Waktu Pengadukan Pada Komposit Gelatin Hidroksiapatit Bergentamisin Sebagai Bahan Implan Tulang, skripsi, Universitas Airlangga.