

TPM 11

Pengaruh Waktu *Sintering* terhadap Sifat Mekanik *Tricalcium Phosphate* (TCP) Berpori yang Dibuat dengan Metode *Protein Foaming-Starch Consolidation*

Ahmad Fadli, Zuchra Helwani, Teddy Pratama

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau Kampus
Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293
pratama.teddy88@yahoo.com

Abstrak

Tricalcium phosphate (TCP) berpori merupakan material sintetik yang dapat digunakan sebagai tulang implan. Pembuatan TCP berpori ini dapat dilakukan dengan metode *Protein Foaming-Starch Consolidation* yang menggunakan kuning telur sebagai agen pembentuk pori. Tujuan penelitian ini untuk mempelajari pengaruh waktu *sintering* terhadap sifat mekanik TCP berpori yang dihasilkan serta karakteristik TCP berpori. Penelitian ini dimulai dengan mencampur bubuk TCP, kuning telur, darvan 821A dan *starch*. *Slurry* diaduk menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 150 rpm selama 3 jam. Setelah itu, *slurry* dimasukkan kedalam cetakan dan dipanaskan dalam oven dengan suhu 180°C selama 1 jam. Kemudian sampel dilepas dari cetakan dan dimasukkan kedalam *furnace* untuk proses *burning* pada suhu 600°C selama 2 jam dan *sintering* pada suhu 1100°C selama 1, 2, dan 3 jam. Ukuran pori TCP berpori yang diperoleh sebesar 37-110 µm. Kuat tekan yang diperoleh sebesar 1.72 MPa pada porositas sebesar 71.50% dan kuat tekan turun menjadi sebesar 1.05 MPa pada porositas sebesar 81.7%. Semakin lama waktu *sintering* maka kuat tekan dari TCP berpori yang dihasilkan semakin besar dan porositas yang dihasilkan semakin kecil.

Kata kunci: Implan Tulang, *Protein Foaming-Starch Consolidation*, Trikalsium Fosfat.

1.0 PENDAHULUAN

Tulang merupakan bahan komposit alami yang tersusun atas 60% mineral, 10% air, dan 30% matriks anorganik. Tulang memiliki fungsi sebagai kerangka tubuh, pelindung organ vital, dan tempat untuk mengembangkan sistem imun [Gomes, 2004]. Namun fungsi tersebut dapat terganggu oleh kerusakan/cacat tulang sehingga tulang perlu diperbaiki untuk mengembalikan fungsinya. Hal ini dapat dilakukan dengan berbagai cara, salah satunya dengan implan tulang.

Implan tulang adalah penggantian jaringan tubuh dengan menggunakan material sintetik yang kompatibel dengan jaringan tubuh [Kuo dkk, 2007]. Material sintetik yang umum digunakan sebagai pengganti implan tulang adalah bahan-bahan *biomaterials*. *Biomaterials* merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak. *Biomaterials* sintetik yang mengalami kemajuan pesat dalam 20-30 tahun terakhir adalah *Tricalcium Phosphate* (TCP) [Kuo dkk, 2007].

TCP merupakan *bioceramics* yang memiliki sifat biocompatibility yang baik serta tidak menimbulkan inflamasi ketika digunakan sebagai implan jaringan tulang. Penggunaan TCP mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan metode lainnya yaitu tidak terjadinya

imunogenik terhadap material TCP dalam tubuh. Dan pasca implantasi TCP dalam jaringan tulang tidak terjadi penurunan volum, perubahan morfologi serta mampu teradsorpsi dan menyatu baik dengan tulang [Oonishi dkk., 1997]. Keunikan TCP dibandingkan *biomaterials* sintetik lain adalah similaritas sifat kimianya dengan fase mineral tulang [Ghosh dkk., 2008].

TCP memiliki kemiripan komposisi kimia dengan jaringan tulang namun memiliki kekuatan mekanik yang lemah. Sehingga dilakukan peningkatan kekuatan mekanik dengan membuat pori pada TCP dikarenakan pori-pori tersebut akan dilalui oleh jaringan tulang sehingga kekuatan mekanik implan akan meningkat [Swain, 2009]. Pembuatan pori dilakukan dengan berbagai metode, seperti : *replication method*, *starch consolidation method*, *direct foaming method* dan *protein foaming-starch consolidation method*.

TCP berpori telah digunakan dalam implantasi jaringan, pengisi sel, dan *drug-releasing agent* [Sopyan dkk, 2007]. Pori dapat dibentuk dengan menggunakan beberapa metode, salah satu metode yaitu *protein foaming consolidation* [Fadli & Sopyan, 2009]. Metode ini menggunakan kuning telur sebagai pembentuk pori pada TCP. Beberapa keunggulan kuning telur sebagai pembentuk pori adalah harga murah, ramah lingkungan dan distribusi pori yang tersebar merata [Fadli & Sopyan, 2009]. Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah mempelajari pengaruh waktu *sintering* terhadap sifat mekanik TCP berpori yang dihasilkan serta karakteristik TCP berpori yang dibuat dengan metode *protein foaming-starch consolidation*.

2.0 METODOLOGI

2.1 Bahan baku

Bahan baku penelitian meliputi bubuk TCP (Sigma Aldrich, Jerman), kuning telur yang telah diisolasi dari telur ayam lokal, Darvan 821A (Vanderbilt Company, USA), tepung sagu (*starch*) dan minyak goreng.

2.2 Peralatan yang digunakan

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *muffle furnace* (PPF-1300, Indonesia). Peralatan penunjang yang digunakan adalah *oven* (Cosmos CO 9919, Indonesia), *stirrer* (Heidolph, Jerman), *stainless steel mold*, jangka sorong, mistar dan gelas beker 250 ml.

2.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dimulai dengan tahapan persiapan *slurry*. *Slurry* disiapkan dengan mencampur 24 gr bubuk TCP, 24 gr kuning telur, 6 gr Darvan 821A dan 3 gr *starch* di gelas beker. *Slurry* diaduk menggunakan *stirrer* pada kecepatan pengadukan 150 rpm selama 3 jam. Kemudian campuran tersebut dimasukkan ke dalam cetakan dan dipanaskan di oven dengan suhu 180°C selama 1 jam untuk proses *foaming* dan *consolidation*. Sebelum *slurry* dimasukkan ke dalam cetakan, cetakan dilumasi dengan minyak goreng untuk mempermudah proses pelepasan dari *mold* serta mendapatkan kualitas permukaan sampel yang bagus. Sampel dilepas dari cetakan dan dibakar pada temperatur 600°C (laju pemanasan 10°C) selama 2 jam untuk menghilangkan kuning telur sehingga terbentuk pori didalam *green bodies* dan diakhiri dengan *sintering* (laju pemanasan 2°C) pada suhu 1100°C masing-masing selama 1, 2, dan 3 jam.

3.0 HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Porous Bodies Properties

Sampel TCP berpori dapat dilihat pada Gambar 1. Keramik berpori dilakukan *burning* dan *sintering* pada suhu masing-masing 600°C dan 1100°C dengan waktu tinggal 2 jam dengan kecepatan pengadukan 150 rpm. Setelah proses *sintering*, didapatkan sampel berbentuk silinder. TCP berpori yang didapatkan tidak terjadi deformasi atau kerusakan setelah mengalami proses *sintering*. Hal ini terjadi karena komponen organik yang terdapat di dalam TCP berpori telah hilang di proses *burning* pada suhu 600°C. Komponen organik seperti air, lemak, dan protein akan hilang pada suhu 600°C [Fadli & Sopyan, 2011].

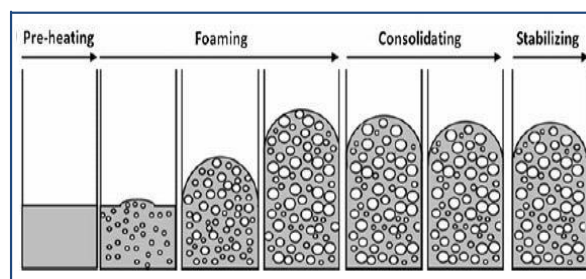
TCP berpori juga mengalami penyusutan setelah dilakukan proses *sintering*. Penyusutan berhubungan dengan proses densifikasi (pemadatan) yang terjadi pada proses *sintering*. Penyusutan menyebabkan penurunan volum, disisi lain sampel yang telah mengalami proses *sintering* akan menjadi lebih padat karena struktur partikel material tumbuh (*coarsening*) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi) [Kang, 2005]. Pada penelitian ini, penyusutan sampel berkisar antara 21,56-56,99% untuk waktu *sintering* selama 1, 2, dan 3 jam.



Gambar 1. Porous Bodies Setelah Proses Sintering.

3.2 Proses Foaming-Consolidating

Mekanisme proses foaming-consolidating selama pemanasan terjadi empat tahapan proses, yaitu *pre-heating*, *foaming*, *consolidating* dan *stabilizing* (Gambar 2). Tahap *pre-heating* terjadi pada saat 2 menit awal pengeringan dimana terjadi *denaturation* yaitu perubahan struktur protein tanpa adanya perubahan volum dari protein tersebut [Sopyan dkk, 2012]. Kemudian tahap *foaming* terjadi pada waktu pengeringan 3-22 menit yang ditunjukkan oleh peningkatan volum dari *slurry* sampai mencapai volum maksimum. Peningkatan volum ini terjadi karena kemampuan *foaming* dari kuning telur didalam *slurry*.



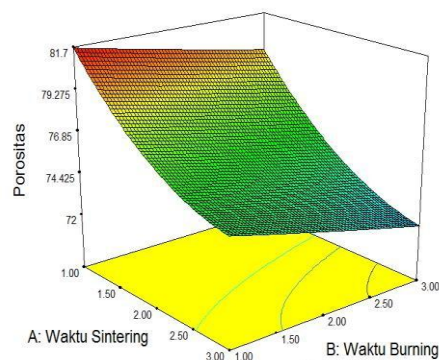
Gambar 2. Mekanisme proses foaming-consolidating selama pemanasan

Pada waktu pengeringan 23-24 menit, kuning telur membentuk struktur jaringan gel yang terjadi karena terjadinya denaturasi protein penyusunnya, proses ini mengakibatkan terjadinya *molecular-consolidation* sehingga *slurry* berbentuk seperti karet. *Drying bodies* tersusun atas fase padat dan fase liquid, selama proses *consolidating* fase liquid tersebut

akan mengalami evaporasi hingga membentuk fase gas, fase gas yang terbentuk akan keluar dari *drying bodies* secara difusi. Proses ini mengakibatkan terjadinya pengurangan volum *bodies* hingga mencapai volum minimum. Pada waktu pengeringan lebih dari 24 menit, tidak ada terjadi perubahan volum yang dapat diamati, ini menandakan *drying bodies* telah mencapai tahap *stabilizing*. Tahap *stabilizing* terjadi setelah *bodies* dipanaskan lebih dari 20 menit [Sopyan dkk, 2012].

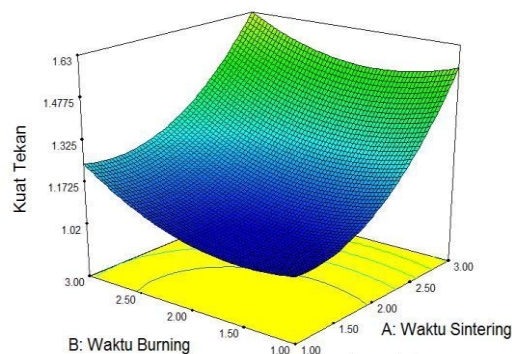
3.3 Pengaruh Kondisi Proses terhadap Nilai Respon Kuat Tekan dan Porositas.

Pada Gambar 3 dapat kita lihat pengaruh waktu *sintering* terhadap respon porositas. Semakin lama waktu waktu *sintering* maka porositas yang dihasilkan akan semakin kecil. Pada waktu *sintering* selama 1 jam diperoleh porositas sebesar 81.7% dan porositas turun menjadi sebesar 71.5% pada waktu *sintering* selama 3 jam. Homogenitas pada *slurry* mempengaruhi porositas yang terbentuk, semakin baik homogenitas pada *slurry* maka porositas yang dihasilkan semakin turun [Abdurrahim & Sopyan, 2008]. Hal ini disebabkan karena *slurry* yang dihasilkan menjadi lebih kental sehingga mampu mempertahankan konstruksinya menjadi lebih rekat dan lebih padat.



Gambar 3. Grafik Pengaruh Waktu *Sintering* terhadap Respon Porositas.

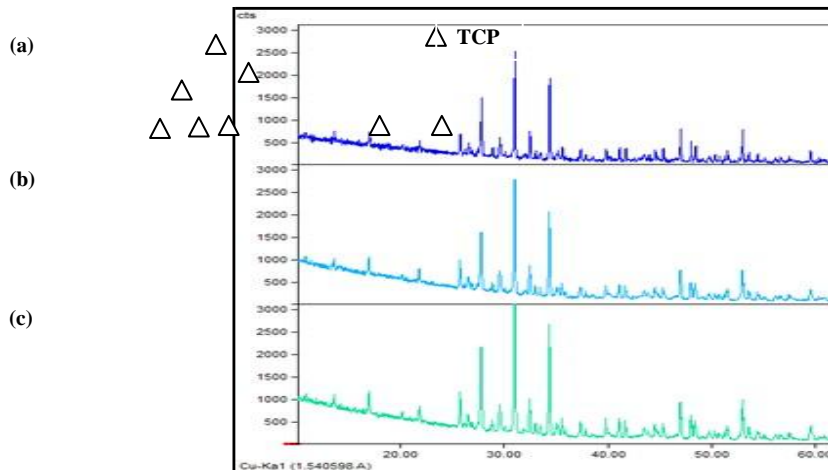
Kuat tekan juga dipengaruhi oleh lamanya waktu *sintering* seperti yang dapat kita lihat pada Gambar 4. Semakin lama waktu *sintering* maka kuat tekan yang dihasilkan akan semakin besar. Pada waktu *sintering* selama 1 jam diperoleh kuat tekan sebesar 1.05 MPa dan kuat tekan naik menjadi 1.72 MPa. Pada waktu *sintering* selama 3 jam. Ini dikarenakan selama *sintering* berlangsung, struktur partikel material akan tumbuh (*coarsening*) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi) [Kang, 2005]. Kuat tekan meningkat seiring dengan berkurangnya porositas [Gibson & Asby, 1988].



Gambar 4. Grafik Pengaruh Waktu *Sintering* terhadap Respon Kuat Tekan.

3.4 Pengaruh Waktu *Sintering* terhadap Sifat Kimia (Chemical Properties)

Beberapa variabel yang dapat mempengaruhi *microstructure* dari material pada proses *sintering* adalah temperatur, tekanan, waktu, dan laju pemanasan. Pada Gambar 5 perbedaan waktu *sintering* tidak mempengaruhi struktur kimia pada sampel secara signifikan. Hal ini karena sampel di sintering pada temperatur 1100°C. Struktur kimia dalam sampel dipengaruhi oleh temperatur *sintering* [Kang, 2005].



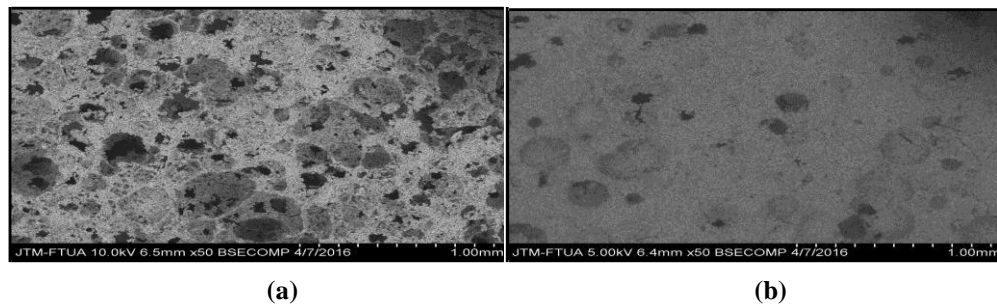
Gambar 5. Grafik Pengaruh waktu *sintering* (a) 1 jam, (b) 2 jam, dan (c) 3 jam terhadap struktur kimia TCP berpori.

Perbedaan intensitas *peak* terjadi antara *tricalcium phosphate* bahan baku dengan *porous bodies*. Hal ini terjadi karena pada saat *sintering* mikrostruktur kristal TCP akan mengalami perubahan. Hal ini yang menyebabkan intensitas *peak* akan berkurang. Intensitas *peak* menunjukkan jumlah kristal TCP yang terdapat didalam sampel. Menurut Katritzki dkk [2001], pada saat mendekati titik lelehnya susunan simetris dari kristal akan hilang, sehingga menyebabkan kristal berubah menjadi *liquid-crystalline*. Perubahan ini yang menyebabkan penurunan intensitas *peak*.

3.5 Makrostruktur dan Mikrostruktur

Perbedaan lama waktu *sintering* mempengaruhi makrostruktur dari keramik berpori. Semakin lama waktu *sintering* akan meningkatkan densifikasi karena partikel keramik akan membentuk kesatuan massa yang lebih padat. Proses densifikasi akan menyebabkan perubahan pada ukuran pori dari keramik. Ukuran pori TCP yang diperoleh adalah 37-110 µm. Peningkatan waktu *sintering* akan menghasilkan ukuran pori yang semakin kecil seperti yang terlihat pada Gambar 6.

Ukuran pori yang semakin kecil akan menyebabkan kuat tekan dari keramik berpori meningkat. Mikrostruktur dari keramik berpori juga mengalami perubahan dengan peningkatan waktu *sintering*. Gambar 6 menunjukkan dengan peningkatan waktu *sintering* akan menyebabkan jumlah *grain* yang berikatan satu sama lain akan meningkat.



Gambar 6. Makrostruktur sampel dengan waktu *sintering* (a) 1 jam dan (b) 3 jam

Ikatan antar permukaan *grain* tersebut akan menyebabkan kuat tekan yang dihasilkan dari keramik berpori meningkat. Pada proses *sintering*, struktur partikel akan tumbuh (*coarsening*) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi) [Kang, 2005]. Laju densifikasi akan meningkat apabila temperatur semakin tinggi, tekanan semakin besar, ukuran partikel semakin kecil dan waktu *sintering* yang semakin lama.

4.0 KESIMPULAN

Waktu *sintering* berpengaruh pada pembuatan TCP berpori. Semakin lama waktu *sintering* maka kuat tekan yang dihasilkan pada TCP berpori akan semakin besar namun porositas yang dihasilkan akan semakin kecil. Pada waktu *sintering* selama 1 jam dihasilkan kuat tekan pada TCP berpori sebesar 1.05 MPa serta porositas sebesar 81.7%. dan pada waktu *sintering* selama 3 jam dihasilkan kuat tekan sebesar 1.72 MPa serta porositas sebesar 71.5%. Waktu *sintering* (1-3 jam) yang digunakan pada penelitian ini, tidak terjadi perubahan struktur kimia pada TCP berpori yang dihasilkan.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada kemenristek dikti yang membiayai penelitian ini melalui Program INSINAS 2016.

Daftar Pustaka

- Abdurrahim, T. & Sopyan, I. 2008. "Recent progress on the development of porous bioactive calcium phosphate for biomedical applications". *Biomedical Engineering*. 1: 213-229.
- Fadli, A. & Sopyan, I. 2009. "Preparation of Porous Alumina for Biomedical Applications through Protein Foaming-Consolidation Method". *Material Research Innovation*. 13(3): 327-329.
- Fadli, A. & Sopyan I. 2011. "Porous ceramics with controllable properties prepared by protein foaming-consolidation method". *Journal of Porous Material*, 18, 195-203.
- Ghosh, S. K., Nandi, S. K., Kundu, B., Datta, S., De, D. K. & Roy, S. K. 2008. "In vivo response of porous hydroxyapatite and β -tricalcium phosphate prepared by aqueous solution combustion method and comparison with bioglass scaffolds". *Journal of Biomedical Material Research Part B Applied Biomaterials* 86: 217-227.
- Gomes, M.M.E. 2004. A Bone tissue engineering strategy based on starch scaffolds and bone marrow cells cultured in a flow perfusion bioreactor. Disertasi Doktor, University of Minho.
- Gibson, L. J. & Asby, M. F. 1988. Cellular solids structure and properties. Pergamon Press.
- Kang, S-J. L. 2005. Sintering: densification, grain growth and microstructure. Amsterdam: John Wiley & Sons

- Katritzky, A.R., Jain, R., Lomaka, A., Petrukhin, R., Maran, U. & Kalerson, M. 2001. "Perspective on the Relationship between Melting Points and Chemical Structure". *Crystal Growth & Design*. 4: 261-265.
- Kuo, T. C., Lee B. S., Kang, S. H., Lin, F. H. & Lin, C. P. 2007. "Cytotoxicity of DP-bioglass paste used for treatment of dentin hypersensitivity". *Journal of Endodostics*. 33: 451-454.
- Oonishi, H., Kushitani, S., Yasukawa, E., Iwaki, H., Hench, L. L., Wilson, J., Tsuji, E. & Sugihara, T. 1997. "Particulate bioglass compared with hydroxyapatite as a bone graft substitute". *Clinical Orthopaedics and Related Reasearch*. 334: 316-325.
- Sopyan, I., Fadli, A. & Mel, M. 2012. "Porous alumina–hydroxyapatite composites through protein foaming–consolidation method". *Journal of Mechanical Behaviour Biomedical Material*. 8 : 86–98.
- Sopyan, I., Mel, M., Ramesh, S. & Khalid, K. A. 2007. "Porous hydroxyapatite for artificial bone applications". *Science and Technology of Advanced Materials*. 8: 116–123.
- Swain, S. K. 2009. Processing of porous hydroxyapatite scaffold. Tesis Master. National Institute of Technology Rourkela.

