

# PENGARUH KECEPATAN PENGADUKAN DAN LAJU PEMANASAN *SINTERING* PADA PEMBUATAN TRIKALSIUM FOSFAT BERPORI DENGAN MENGGUNAKAN METODE *STARCH-CONSOLIDATION*

**R. Firmansyah<sup>1</sup>, A. Fadli<sup>2</sup>, Bahrudin<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau  
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293

<sup>2</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau  
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293  
Telp. 085658273972; rickyfirmansyah24@ymail.com

## ABSTRACT

Porous tri calcium phosphate (TCP) has been prepared by starch-consolidation method using wheat as the pore formed agent. The purpose of this research is to investigate the influence of agitation rate and sintering temperature rate on physical, chemical, and mechanical properties of porous TCP. Wheat particles were mixed with TCP suspension then stirred for 1 hour. The slurry was dried in oven at 80°C for 24 hours and at 120°C for 8 hours. The green bodies were sintered at 2, 5, and 8°C/minutes. The obtained green bodies shown shrinkage in the range 55.29-58.97%. The compressive strength of sintered bodies resulted was 0.73 MPa at 81.93% porosity and 2.89 MPa at 60.99% porosity.

Keywords: tricalcium phosphate; porosity wheat particles; compressive strength

## 1. Pendahuluan

Tulang merupakan jaringan yang berfungsi sebagai rangka, penyokong dan pelindung organ tubuh serta sebagai penghubung antar otot sehingga memungkinkan terjadinya gerakan [Rivera-Munoz, 2011]. Kerusakan/cacat pada tulang mengakibatkan terganggunya fungsi tersebut sehingga tulang perlu diperbaiki. Dewasa ini, penggunaan *biomaterials* sebagai tulang implan merupakan salah satu alternatif yang telah banyak dikembangkan. *Biomaterials* merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak [Park *et al.*, 2000]. *Autograft*, *allograft* dan *xenograft* adalah *biomaterials* yang umumnya digunakan untuk perbaikan dan penggantian jaringan tulang [Dumitrescu, 2011]. Ketersediaan dalam jumlah yang terbatas, rasa sakit yang ditimbulkan dan risiko penularan penyakit merupakan kelemahan dari material ini. Oleh karena itu, perlu adanya alternatif yang

mampu mengatasi keterbatasan material sebelumnya, seperti penggunaan *biomaterials* sintetik.

Tri kalsium fosfat (TCP) adalah *biomaterials* sintetik yang memiliki kemampuan untuk berinteraksi dengan jaringan tubuh manusia.  $\beta$ -TCP merupakan *bioceramics* dengan sifat *biocompatibility* yang baik dan dapat berperan dalam pertumbuhan dan regenerasi tulang [Uchida *et al.*, 1984]. Aplikasi TCP dalam bidang medis terutama berfokus pada TCP berpori. TCP berpori telah digunakan sebagai *drug-releasing agent* seperti antibiotik, anti tumor dan anti inflamasi serta dipakai dalam implantasi jaringan [Kalita *et al.*, 2007]. Morfologi pori keramik dapat dibentuk melalui beberapa metode, salah satunya adalah penggunaan *wheat particles* pada *starch consolidation*. Penggunaan *wheat particles* memiliki beberapa keunggulan, yaitu sifatnya yang mudah terlepas (*easy to burn out*), harganya murah, ramah lingkungan dan mampu menghasilkan

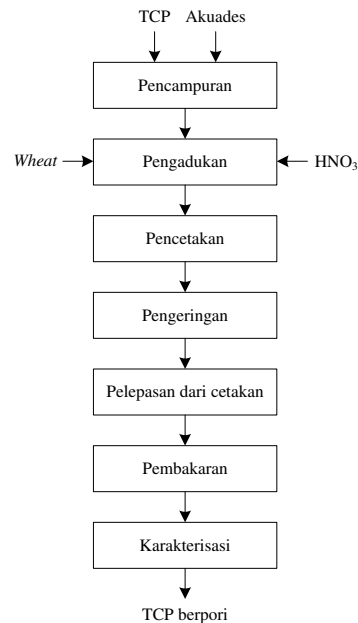
keramik dengan distribusi pori yang tersebar merata [Abdurrahim & Sopyan, 2008].

## 2. Metodologi

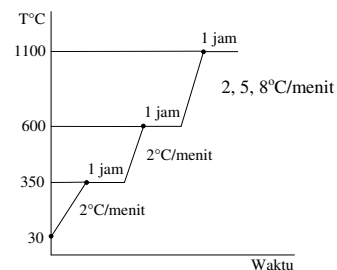
Bahan baku penelitian meliputi bubuk TCP (Merck, Jerman), *wheat particles* (PT Indofood Sukses Makmur Tbk, Indonesia) dan  $\text{HNO}_3$  (Merck, Jerman). Akuades berperan sebagai pelarut, *wheat particles* berfungsi sebagai pembentuk pori sedangkan  $\text{HNO}_3$  digunakan sebagai zat untuk mengatur pH campuran menjadi 3,5.

Penelitian ini dimulai dengan persiapan *slurry*. TCP bubuk dicampur dengan akuades kemudian ditambahkan *wheat particles*. *Slurry* yang terbentuk lalu ditambahkan  $\text{HNO}_3$  dan diaduk dengan kecepatan 100, 150 dan 200 rpm. Campuran tersebut

kemudian dicetak ke *mould* yang sebelumnya diolesi minyak sawit (PT Multimas Nabati Asahan, Indonesia) sebagai pelumas. Selanjutnya campuran dalam *mould* dipanaskan pada  $100^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Setelah itu *green bodies* dilepas dari *mould* dan dikeringkan dalam oven pada  $80^\circ\text{C}$  selama 24 jam dan  $120^\circ\text{C}$  selama 8 jam. Sampel yang telah kering tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *furnace*. Pembakaran dilakukan pada temperatur  $350^\circ\text{C}$ , diikuti dengan temperatur  $600^\circ\text{C}$  dan diakhiri dengan *sintering* masing-masing selama 1 jam. Skema prosedur penelitian dan mekanisme kenaikan temperatur di dalam *furnace* dapat dilihat pada Gambar 1.1 dan 1.2.



Gambar 1.1 Skema fabrikasi TCP berpori melalui *starch consolidation*



Gambar 1.2 Tahapan kenaikan temperatur *burning* dan *sintering*

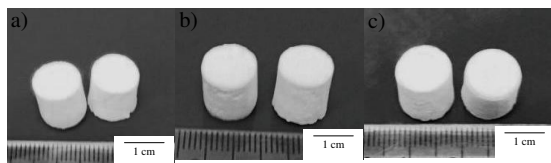
## 3. Hasil dan Pembahasan

### *Porous Body Properties*

Pada penelitian ini keramik dibuat dengan menggunakan *wheat particles* sebagai agen pembentuk pori. Partikel *wheat* akan terdispersi dalam air dan membentuk gel karena adanya pemanasan. *Wheat*

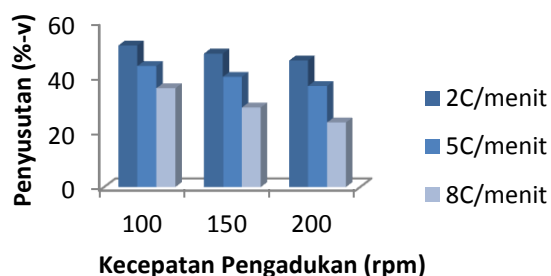
*particles* sebanyak 35 gr akan menyerap 100 ml air pada  $100^\circ\text{C}$  [Prabhakaran dkk, 2007]. Pengadukan dilakukan dengan kecepatan 100, 150, 200 rpm selama 1 jam. Selama pengadukan berlangsung, viskositas *slurry* akan bertambah sehingga terbentuk pasta, hal ini terjadi karena pengadukan mempercepat proses penyerapan air yang

dilakukan oleh *wheat particles* [Prabhakaran dkk, 2007]. Pasta tersebut selanjutnya dikeringkan di dalam oven sehingga terbentuk *green bodies*. Selama proses pengeringan, terjadi penyusutan volum. Gambar 1.3 menunjukkan foto *green bodies* dengan pengadukan selama 1 jam dan kecepatan masing-masing 100, 150, dan 200 rpm. Semakin lama waktu pengadukan maka persentase penyusutan tersebut akan semakin kecil. Penyusutan volum untuk *slurry* yang diaduk dengan kecepatan 100, 150 dan 200 rpm adalah 58,97; 57,63 dan 55,29%.

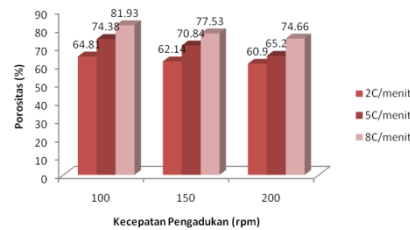


**Gambar 1.3** *Green bodies* dengan waktu pengadukan (a) 1 (b) 2 dan (c) 3 jam

*Sintering* dilakukan pada temperatur 1100°C dengan laju pemanasan *sintering* 2, 5, 8°C/menit. Gambar 1.4 menunjukkan sampel mengalami penyusutan pada rentang 23,45-51,28%. Laju pemanasan sintering yang semakin rendah menyebabkan penyusutan yang semakin besar. Semakin rendah laju pemanasan sintering akan memperbesar laju densifikasi sampel sehingga partikel-partikel keramik menjadi semakin padat dan bersatu dengan kuat [Kang, 2005].

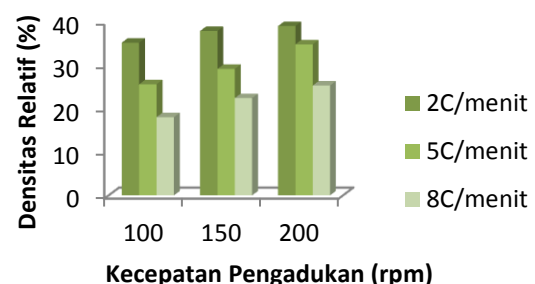


**Gambar 1.4** Grafik hubungan kecepatan pengadukan (rpm) dengan penyusutan (%-v) setelah *sintering* dengan laju pemanasan *sintering* 2, 5, 8°C/menit



**Gambar 1.5** Grafik hubungan kecepatan pengadukan (rpm) dengan porositas (%) setelah *sintering* dengan laju pemanasan *sintering* 2, 5, 8°C/menit

Gambar 1.5 menunjukkan porositas sampel pada rentang 60,99-81,93%. Bertambahnya kecepatan pengadukan akan menyebabkan berkurangnya porositas, karena ikatan partikel keramik yang semakin padat dan kuat dengan bertambahnya kecepatan pengadukan. Selain itu, dengan berkurangnya laju pemanasan sintering juga menyebabkan semakin berkurangnya porositas yang terjadi pada sampel. Pada proses *sintering* struktur partikel material akan tumbuh (*coarsening*) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi) [Kang, 2005]. Porositas yang semakin kecil menyatakan sampel berstruktur lebih padat sehingga memiliki densitas yang lebih besar.

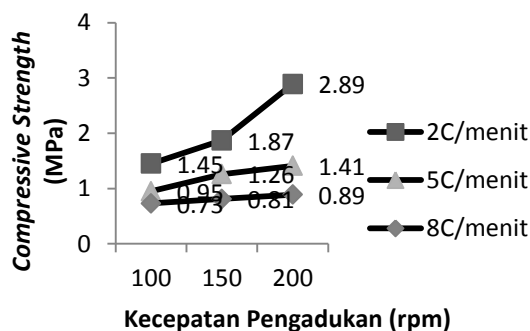


**Gambar 1.6** Grafik hubungan kecepatan pengadukan (rpm) dengan densitas relatif (%) setelah *sintering* dengan laju pemanasan *sintering* 2, 5, 8°C/menit

Gambar 1.6 menunjukkan adanya kenaikan densitas ketika laju pemanasan *sintering* semakin kecil. Kenaikan ini disebabkan partikel semakin kompak dan memadat (densifikasi) pada laju pemanasan rendah.

## Mechanical Properties

Berdasarkan Gambar 1.7 terlihat dengan kecepatan pengadukan yang semakin besar dan laju pemanasan *sintering* yang semakin kecil (mikrostruktur semakin padat) maka kuat tekan TCP semakin tinggi. Pada laju pemanasan *sintering* 2° C/menit sampel dengan porositas 64,81; 62,14 dan 60,9% memiliki kuat tekan 1,45; 1,87 dan 2,89 Mpa. Pada laju pemanasan *sintering* 5° C/menit sampel dengan porositas 74,38; 70,84 dan 65,2% memiliki kuat tekan 0,95; 1,26 dan 1,41 MPa. Sedangkan sampel dengan porositas 81,93; 77,53 dan 74,66% pada laju pemanasan *sintering* 8° C/menit mempunyai kuat tekan 0,73-0,89 MPa. Gibson & Asby [1988] melaporkan bahwa kuat tekan (*compressive strength*) keramik berpori akan meningkat seiring dengan berkurangnya porositas. Secara umum, terdapat beberapa sampel yang termasuk pada rentang kuat tekan *cancellous bone*, yaitu berkisar 1-100 MPa [Lanza dkk, 2000].



**Gambar 1.7** Grafik hubungan kecepatan pengadukan (rpm) dengan *compressive strength* (MPa) setelah *sintering* dengan laju pemanasan *sintering* 2, 5, 8°C/menit

## Ukuran Kristal

Sampel dengan laju pemanasan *sintering* yang rendah menghasilkan kristal dengan ukuran yang lebih besar dibandingkan sampel dengan laju pemanasan *sintering* yang lebih besar. Karena dengan laju pemanasan *sintering* yang rendah akan

membuat proses *coarsening* (pertumbuhan) partikel semakin baik.

Sampel memiliki struktur kristalin *rhombohedral*. *Rhombohedral* merupakan struktur kristalin berupa prisma dengan enam sisi dimana tiap sisinya masing-masing berupa belah ketupat dengan empat sisi dengan empat titik atau sudut yang keempat sisinya semua memiliki panjang yang sama [Kang, 2005].

## Makro dan Mikrostruktur

Perbedaan kecepatan pengadukan mempengaruhi makrostruktur dari keramik berpori. Bertambahnya kecepatan pengadukan akan menghasilkan keramik dengan porositas yang rendah, sehingga menghasilkan keramik, dengan penyebaran pori yang semakin kecil pada permukaannya. Pada gambar 1.8a dan 1.8b terlihat perbedaan ukuran pori antara keramik dengan kecepatan pengadukan 100 dan 200 rpm. Hulbert dkk, [1987] menyatakan bahwa ukuran pori optimum untuk *osteoconduction* adalah 150  $\mu\text{m}$ , sedangkan menurut Emadi dkk, [2010] untuk pertumbuhan tulang dibutuhkan pori berukuran 100-1000  $\mu\text{m}$  sebagai saluran distribusi aliran darah.

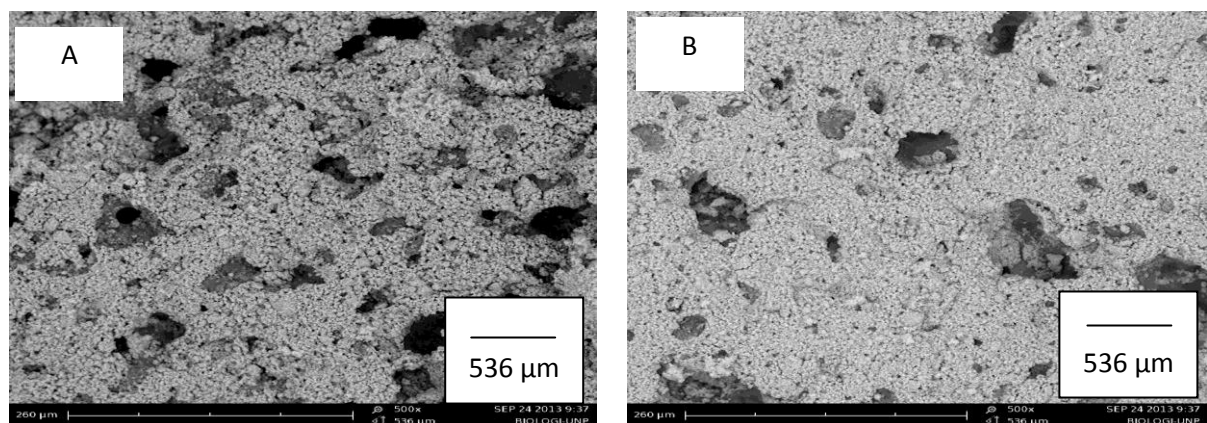
Laju pemanasan *sintering* yang semakin tinggi mengakibatkan mikrostruktur sampel berubah. Gambar 1.9a, 1.9b dan 1.9c menunjukkan bahwa penurunan laju pemanasan *sintering* menghasilkan ukuran pori yang lebih kecil dan menyebabkan *grain* berikatan satu sama lain akibat fusi partikel. Kecepatan pengadukan yang semakin besar dapat menghasilkan distribusi partikel yang lebih homogen.

Hal ini sesuai dengan Ramay & Zhang [2003] dan Sopyan dkk. [2012] yang melaporkan bahwa kecepatan pengadukan yang besar akan mengurangi aglomerasi dan

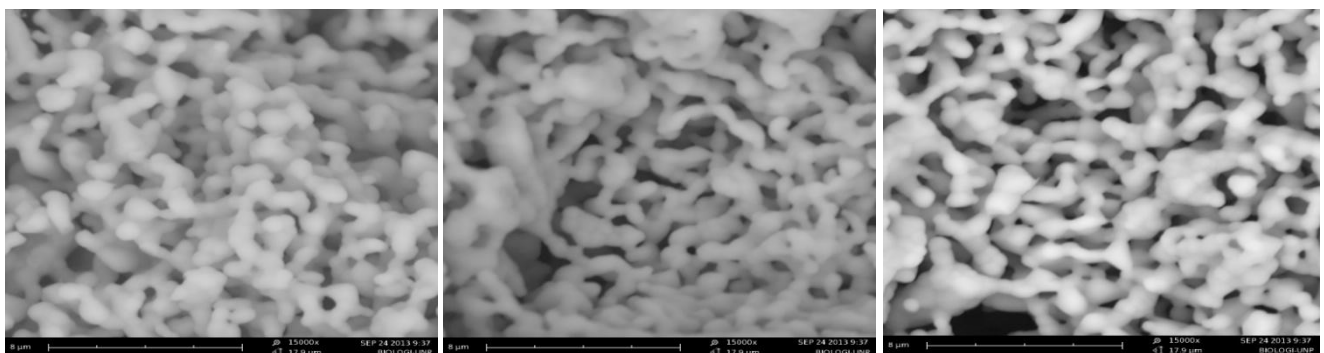
porositas sehingga meningkatkan *compressive strength* dan densitas.

Dari Gambar 1.9a-1.9c dapat dilihat bahwa jarak antar partikel yang mulanya sangat rapat menunjukkan kerenggannya ketika laju pemanasan *sintering* semakin besar. Gambar 1.9c memperlihatkan ukuran pori yang lebih besar dan mengindikasikan bahwa TCP tersebut memiliki pori terbuka dengan interkoneksi antar pori yang baik.

Pori terbuka dengan interkoneksi yang baik merupakan karakteristik implan untuk penetrasi tulang dan *osteointegration* [Ravaglioli & Krajewski, 1997].



**Gambar 1.8** Makrostruktur sampel dengan kecepatan pengadukan a)100 rpm, b) 200 rpm



**Gambar 1.9** Mikrostruktur sampel dengan laju pemanasan sintering a)2°C/menit b)5°C/menit dan c)8°C/menit

#### 4. Kesimpulan

Fabrikasi tri kalsium fosfat (TCP) menggunakan *wheat particles* sebagai agen pembentuk pori telah berhasil dilakukan. Porositas berkisar 60,99–81,93% dan kuat tekan 0,73-2,89 MPa. Pada laju pemanasan *sintering* 2°C/menit mikrostruktur TCP menunjukkan jarak antar partikel yang rapat dengan pori yang sangat kecil dibandingkan sampel pada laju pemanasan *sintering* 5 dan 8°C/menit.

#### 5. Saran

Pada fabrikasi TCP selanjutnya, direkomendasikan untuk mengukur dan menganalisa *rheological properties* dari *slurry* yang akan dituang ke *mould*.

#### 6. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Ahmad Fadli, MT dan Dr. Bahrudin, MT selaku pembimbing yang membantu dalam hal moril dan finansial.

#### Daftar Pustaka

- Abdurrahim, T. & Sopyan, I. (2008). *Recent progress on the development of porous bioactive calcium phosphate for biomedical applications*. Biomed. Eng. 1: 213-229.
- Dumitrescu, A. L. (2011). *Chemicals in surgical periodontal therapy*. <http://www.springerlink.com>. ISBN: 976-3-642-18224-2. Diakses 20 Februari 2013.
- Gibson, L. J. & Asby, M. F. (1988). *Cellular solids structure and properties*. Pergamon Press.
- Kalita, S. J., Bhardwaj, A. & Bhatt, H. A. (2007). *Nanocrystalline calcium phosphate ceramics in biomedical engineering*. Mater. Sci. Eng. C 27: 441-449.
- Lanza, R. P., Langer, R. & Vacanti, J. (2000). *Principles of tissue engineering*. San Diego: Academic Press.
- Park, S. H., Llinás A., Goel, V. K. & Keller, J. C. (2000). *Hard tissue replacement*. The Biomedical Engineering Handbook: Second Edition. Ed. Joseph D. Bronzino. Boca Raton: CRC Press LLC.
- Ploeg, H., Slane, J. & Vivanco, J. (2010). *The effect of sintering temperature on bioceramic bone scaffolds*. <http://www.hysitron.com>. Diakses 2 Juli 2013.
- Prabhakaran, K., Melkeri, A., Gokhale, N. M. & Sharma S. C. (2007). *Preparation of macroporous alumina ceramics using wheat particles as gelling and pore agent*. Ceram. Inter. 33: 77-81.

- Ramay, H. R. & Zhang, M. (2003). *Preparation of porous HA scaffolds by combination of the gel-casting and polymeric sponge method*. Biomaterials 24: 3293-3302.
- Ravaglioli, A. & Krajewski, A. (1997). *Implantable porous ceramics*. J. Mater. Sci. Forum 250: 221-230.
- Rivera-Munoz, E. M. (2011). *Hydroxyapatite-based materials: synthesis and characterization, biomedical engineering-frontiers and challenges*, Prof. Reza Fazel (Ed.). <http://www.intechopen.com>. ISBN: 978-953-307-309-5. Diakses 19 Februari 2013.
- Sopyan, I. & Kaur, J. (2009). *Preparation and characterization of porous hydroxyapatite through polymeric sponge method*. Ceram. Inter. 35: 3161-3168.
- Uchida, A., Nade, S. M. L., McCartney, E. R. & Ching, W. (1984). *The use of ceramics for bone-replacement-a comparative-study of 3 different porous ceramics*. J. Bone Joint Surg. 66B: 269-275.
- Udoh, K., Munar, M. L., Maruta, M., Matsuya, S. & Ishikawa, K. (2010). *Effects of sintering temperature on physical and compositional properties of  $\alpha$ -tricalcium phosphate foam*. J. Dent. Mater. 29: 154-159.