

PEMBUATAN *SCAFFOLD* TRIKALSIMUM FOSFAT BERPORI MENGUNAKAN METODE PROTEIN *FOAMING-CONSOLIDATION* DENGAN VARIASI WAKTU DAN TEMPERATUR PENGERINGAN

Gede Indra Ludy Wirata¹, Ahmad Fadli², Fajril Akbar²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, ^{2,3}Dosen Jurusan Teknik Kimia,
Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
gedeindralw@yahoo.com

ABSTRACT

Tricalcium phosphate (TCP) is a ceramics material which is widely used for bone substitute. Protein foaming-consolidation method is a technique for production of porous tricalcium phosphate (TCP) using egg yolk as pore creating agent. The purpose of this research was to investigate the effect of time and drying temperature effect on physical, chemical and mechanical properties of porous TCP and characterizing porous TCP as bones implant. This research start by mixing TCP powder, sago powder, Darvan 821A and egg yolk. The slurries were mechanical stirred at 150 rpm for 3 hours. Then, the slurries were casted in a cylindrical stainless steel mold and heated at 160°C, 180°C and 200°C for 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 and 60 minutes. Subsequently, dried samples were demolded and burned at 600°C for 1 hour. For the final steps, samples were sintered at 1150°C for 1 hour. The results of porous TCP from this research was 45.90-61.70% for porosity, the density was 1.20-1.72 g/cm³ and the compressive strength was 8.04-8.64 Mpa.

Keyword : tricalcium phosphate, egg yolk, porosity, density, compressive strength

1. Pendahuluan

Tulang merupakan bagian tubuh yang memiliki fungsi utama sebagai pembentuk rangka dan alat gerak tubuh, pelindung organ-organ internal, serta tempat penyimpanan mineral (kalsium-fosfat). Mineral pada tulang dapat dikarakterisasi sebagai *carbonated apatite* yang mengandung *hydroxyapatite* (HA, Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂) dengan sekitar 4-8% CO₃²⁻ dan elemen lainnya [Djuwita, 2012]. Cacat/kerusakan pada tulang menyebabkan terganggunya fungsi tulang tersebut sehingga membutuhkan *graft* tulang sebagai pengganti tulang yang rusak. Penggunaan biomaterial di bidang kesehatan khususnya

orthopaedic terus meningkat seiring dengan bertambahnya berbagai cedera/kecelakaan dan penyakit tulang. *Graft* tulang atau bahan pengganti tulang sering dibutuhkan untuk merekonstruksi morfologi anatomi dan memulihkan stabilitas tulang yang rusak. Klasifikasi material substitusi tulang meliputi *autograft*, *allograft* dan *xenograft*. *Autograft* (tulang dari pasien yang sama), *allograft* (tulang dari donor manusia lain) dan *xenograft* (tulang hewan). Kelemahan *autograft* adalah sering menyebabkan komplikasi dalam penyembuhan luka, operasi tambahan, nyeri pada donor dan pasokan tulang tidak memadai untuk

mengisi *gap*. Sedangkan *allograft* dan *xenograft* terkait dengan reaksi infeksi, inflamasi dan penolakan. Teknik *allograft* yang menggunakan tulang mayat, memiliki masalah dalam reaksi imunogenik dan resiko penyakit menular (AIDS dan hepatitis). *Xenograft* juga membawa resiko penyakit menular antar spesies (Venkatesan & Kim, 2010). Keterbatasan tersebut memicu perkembangan riset di bidang biomaterial, yaitu dengan melakukan berbagai modifikasi pembuatan biomaterial sintetik.

Biomaterials merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak [Park *et al.*, 2000]. *Biomaterials* telah digunakan untuk menggantikan jaringan-jaringan biologis dalam bidang kedokteran dan penggunaannya telah meningkat secara signifikan selama 10 tahun terakhir [Dobos, 2012].

Tricalcium phosphate (TCP) merupakan *biomaterials* sintetik yang sudah digunakan secara luas untuk implan tulang, pelapis, dan plester karena kemiripannya dengan porsi dari jaringan tulang, prosesnya yang relatif mudah dan alat pelengkap sel yang baik. *Tricalcium phosphate* ini aman digunakan, *biocompatible*, ketersediaannya tidak terbatas dan efektivitas biaya merupakan keuntungan yang penting untuk *autograft* dan *allograft* sehingga membuat *tricalcium phosphate* pilihan yang baik [Lobo *et al.*, 2010]. Pasca implantasi TCP dalam jaringan tulang, tidak terjadi penurunan volume dan perubahan morfologi serta mampu teradsorpsi dan menyatu baik dengan tulang. Selain itu keunggulan TCP yaitu tidak terjadinya reaksi imunogenik terhadap material TCP dalam tubuh.

Protein foaming-consolidation merupakan metode pembentukan pori dengan penambahan protein dan starch ke dalam keramik. Campuran tersebut kemudian di cetak ke dalam molds dan di

keringkan di dalam oven dan dimasukkan ke dalam furnace untuk proses sintering [Sopyan dkk, 2012]. Metode ini menggunakan protein seperti kuning telur sebagai pembentuk pori. Kuning telur terdiri dari 51% lipids, 24% air dan 25% protein. Lipids didalam kuning telur akan mengurangi kapasitas foaming protein pada saat pembentukan pori [Sopyan dkk, 2012]. Selama proses foaming, slurry akan melalui empat tahapan yaitu pre-heating, foaming, consolidating dan stabilizing.

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah mengetahui pengaruh waktu dan temperatur pengeringan terhadap sifat fisik, kimia dan mekanik TCP berpori dengan metode *protein foaming-consolidation*

2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan

Bahan baku penelitian meliputi bubuk TCP (Sigma Aldrich, Jerman). Kuning telur yang telah dipisahkan dari telur ayam lokal, tepung sagu (starch), Darvan 821 A (R.T. Vanderbilt, USA) dan Minyak goreng.

Alat yang dipakai

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven sebagai tempat untuk variasi variabel yang dilakukan yaitu diproses pengeringan dan furnace yang berfungsi sebagai tempat terjadinya burning dan sintering. Peralatan penunjang yang dipakai meliputi stirrer, stainless steel mold, jangka sorong dan mistar.

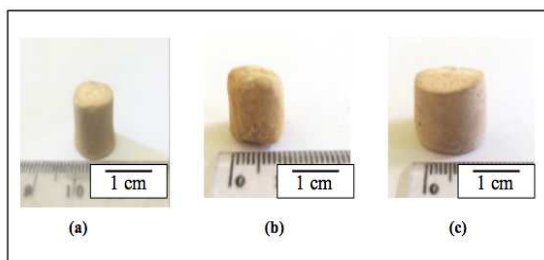
Prosedur Penelitian

Penelitian ini dimulai dengan persiapan slurry. Slurry disiapkan dengan mencampur 24 gr bubuk TCP, 24 gr kuning telur, 3 gr starch dan 6 gr Darvan 821A di gelas beker. Slurry diaduk secara mekanik pada kecepatan 150 rpm selama 3 jam. Campuran tersebut kemudian dimasukkan

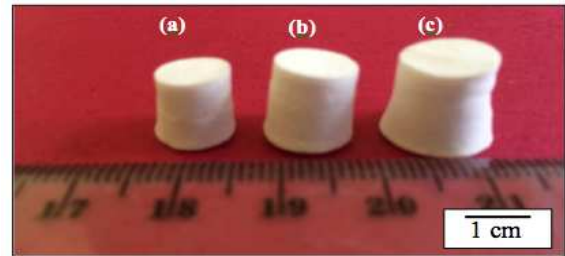
ke dalam cetakan dan dipanaskan di oven dengan suhu 160,180 dan 200°C selama 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit untuk proses foaming dan consolidation. Sebelum memasukkan slurry ke dalam cetakan, cetakan dilumasi dengan minyak goreng untuk mempermudah proses pelepasan dari mold serta mendapatkan kualitas permukaan sampel yang bagus. Sampel dilepas dari cetakan dan dibakar pada temperatur 600°C (laju pemanasan 10°C/menit) untuk menghilangkan kuning telur sehingga terbentuk pori di dalam green bodies dan diakhiri dengan sintering (laju pemanasan 2°C/menit) pada suhu 1150°C masing-masing selama 1 jam.

3. Hasil dan Pembahasan

Porositas merupakan bagian penting dalam pembuatan keramik. Pada metode *protein foaming-consolidation*, teknik ini digunakan untuk mendapatkan atau menghasilkan material berpori menggunakan kuning telur sebagai agen pembentuk pori [Fadli & Sopyan, 2013]. Tepung terigu digunakan sebagai perekat untuk menambah kekuatan mekanik dan mencegah *porous body* dari *cracking*, sedangkan penggunaan Darvan 821A sebagai dispersan. Komponen-komponen organik seperti kuning telur, tepung terigu dan Darvan 821A harus dihilangkan karena dapat merusak *porous body*. Pembakaran pada temperatur 600°C akan menghilangkan komponen-komponen organik yang ada pada *porous body*, komponen organik akan terdegradasi secara sempurna pada temperatur 600°C [Lee dkk, 2013].

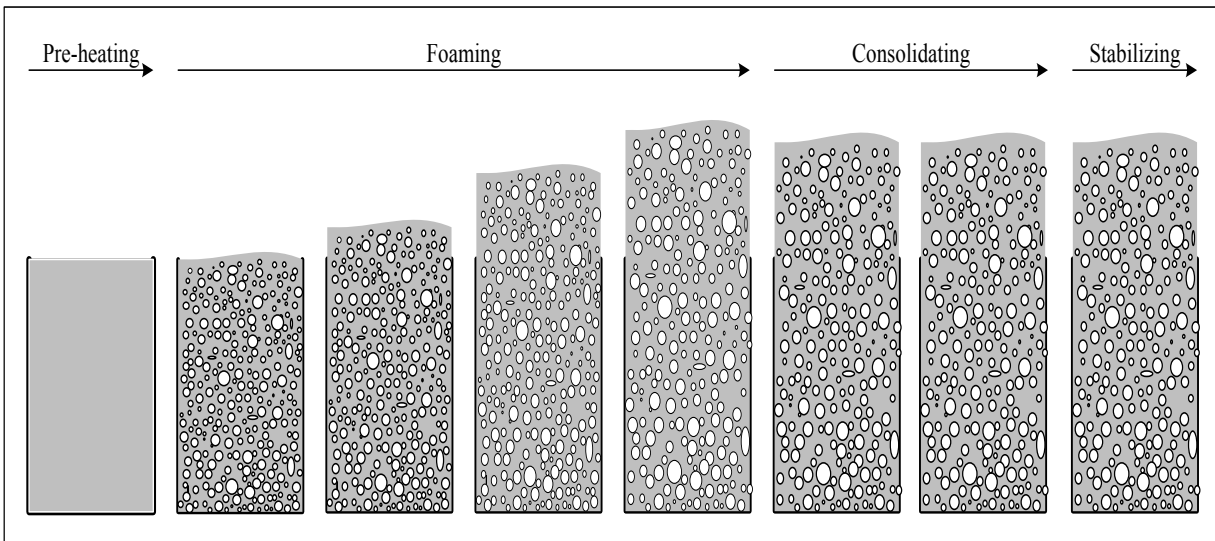


Gambar 1. *Bodies* Setelah Proses Pengeringan temperatur (a) 160 (b) 180 (c) 200°C



Gambar 2. *Bodies* Setelah Sinteing Temperatur 1150°C dengan Temperatur Pengeringan (a) 160 (b) 180 (c) 200°C

Temperatur dan waktu pengeringan berpengaruh terhadap sifat fisik *bodies*. Dimana temperatur pengeringan berpengaruh pada besar kecilnya pori yang terbentuk. Lalu waktu pengeringan berpengaruh terhadap penyusutan, porositas dan densitas dari *bodies*. Pada gambar 1 didapatkan bahwa *bodies* yang dikeringkan pada suhu 160°C masih basah dan mengindikasikan bahwa masih banyak kandungan air yang belum menguap, sehingga penyusutan untuk *bodies* bernilai besar, yaitu 65-67%. Sedangkan untuk *bodies* yang dikeringkan pada suhu 180 dan 200°C menghasilkan *bodies* yang sudah kering dan menunjukkan bahwa kandungan air yang ada di dalam *bodies* sudah sedikit dan nilai penyusutannya akan lebih rendah. Untuk *bodies* yang dikeringkan pada suhu 180°C nilai penyusutannya adalah 65-66%. Untuk yang 200°C nilai penyusutan yang didapat adalah 64-66%. *Bodies* setelah hasil sinteing untuk temperatur 160°C lebih kecil dibandingkan dengan yang lain, karena proses denaturasi protein untuk membentuk pori sedikit terjadi, yang terbentuk adalah pori yang kecil dengan jumlah yang sedikit, sehingga masih banyaknya massa protein yang terdapat di *bodies*. Berbeda dengan suhu 200°C denaturasi protein menjadi pori sangat banyak terjadi sehingga membentuk pori yang besar dan banyak. Pada saat proses sinteing semua komponen organik dan TCP akan hilang termasuk protein yang ada pada *bodies*. Terjadi penyusutan yang besar pada *bodies* 160°C dikarenakan massa

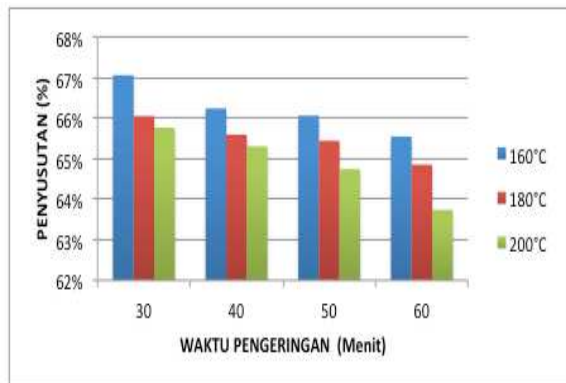


Gambar 3. Mekanisme Proses Pengeringan

yang banyak tersisa tadi hilang. Gambar 3 memperlihatkan selama pemanasan terjadi empat tahapan proses, yaitu *pre-heating*, *foaming*, *consolidating* dan *stabilizing*. Tahap *pre-heating* terjadi pada saat awal pengeringan, pada tahap ini terjadi *denaturation*, yaitu perubahan struktur protein tanpa adanya perubahan volum dari protein tersebut [Sopyan dkk, 2012]. Kemudian *slurry* mengalami *foaming* yang ditunjukkan oleh peningkatan volume dari *slurry* sampai mencapai volum maksimum. Peningkatan volume ini terjadi karena kemampuan *foaming* dari kuning telur didalam *slurry*. Indikator foaming adalah terbentuknya buih pada saat proses berlangsung. Buih pada kuning telur terbentuk karena proses pengocokan yang mengakibatkan gelembung udara terperangkap dalam kuning telur. Pembentukan buih diawali dengan

terbukanya ikatan dalam molekul protein, sehingga rantai protein semakin panjang. Kemudian udara masuk dan membuat volumenya mengembang. Kemampuan membentuk buih diukur berdasarkan kenaikan volume. *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 saat proses *consolidating* selesai pengeringan dan 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 [Fadli & sopyan, 2012].

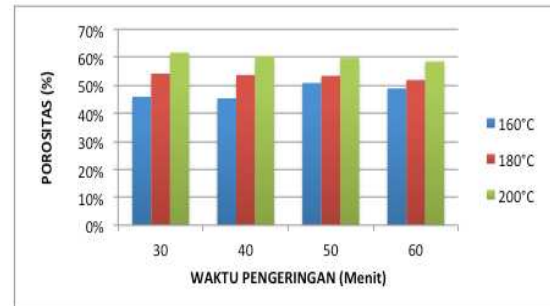
Terlihat pada Gambar 3 dengan temperatur pengeringan yang semakin tinggi menyebabkan penyusutan yang semakin kecil. Dengan temperatur pengeringan yang semakin tinggi, maka proses denaturasi protein untuk membentuk pori lebih banyak terjadi. Sehingga pori-pori yang akan terbentuk pada *bodies* akan berukuran lebih besar dan lebih banyak sehingga massa protein akan lebih sedikit dibandingkan dengan sampel yang dikeringkan pada suhu lebih rendah. Maka pada saat proses *burning* dan sintering persentase penyusutan yang terjadi kecil dikarenakan massa protein yang terdapat dalam *bodies* sedikit.



Gambar 3. Grafik Hubungan Waktu Pengeringan Terhadap Penyusutan (%-v) dengan Temperatur Pengeringan 160, 180, dan 200°C

Selain itu, penyusutan *bodies* juga dipengaruhi oleh lamanya waktu pengeringan. Pada suhu 160°C denaturasi terjadi selama 10 menit, sehingga lama mencapai tahap *foaming* untuk pembentukan pori dibandingkan dengan suhu 200°C, proses denaturasi selama 1 menit sehingga tahap *foaming* cepat dicapai. Karena pada proses pembentukan pori oleh protein dipengaruhi oleh temperatur, maka pada suhu 200°C pori yang dibentuk besar dan banyak sehingga massa protein pada *bodies*

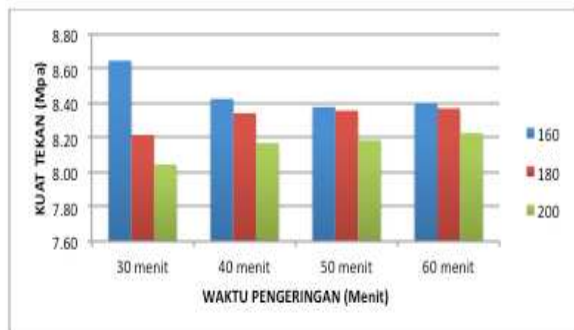
akan lebih sedikit dibandingkan dengan suhu dibawahnya. Semakin sedikit massa protein tersisa semakin kecil persentase penyusutan setelah sintering [studart dkk, 2006].



Gambar 4. Hubungan Waktu Pengeringan Terhadap Porositas(%-v) dengan Temperatur Pengeringan 160, 180, dan 200°C

Gambar 4 menunjukkan porositas sampel pada rentang waktu 30, 40, 50 dan 60 menit yang dikeringkan pada suhu 160, 180, 200°C. Pada sampel dengan temperatur 160°C porositas akan semakin meningkat dari menit 30 sampai menit 49 karena menit selanjutnya porositas akan kembali turun. Hal itu dikarenakan karena pada rentang waktu 30 sampai dengan 49 menit *slurry* akan terus mengalami *foaming* sampai batas maksimalnya yaitu menit ke 49. Ukuran pori pada *bodies* akan terus membesar seiring dengan berjalannya proses *foaming*, ukuran pori yang terus membesar itulah yang membuat porositas semakin membesar juga. Proses konsolidasi atau penyusutan selanjutnya akan terjadi setelah *slurry* mencapai batas maksimum *foaming*nya. Proses konsolidasi akan membuat ukuran pori pada *bodies* semakin mengecil sehingga porositas akan semakin kecil juga. Sedangkan pada suhu 180 dan 200°C pada rentang waktu 30-60 menit porositasnya akan turun sampai dia stabil, hal itu karena

sebelum menit ke 30 suhu 180 dan 200°C sudah mencapai kapasitas maksimal *foaming*-nya. Temperatur 180°C sudah mencapai kapasitas maksimumnya pada menit ke 18 dan mulai stabil pada menit ke 22, untuk suhu 200°C sudah mencapai kapasitas maksimum *foaming* pada menit ke 15 dan stabil pada menit ke 31.

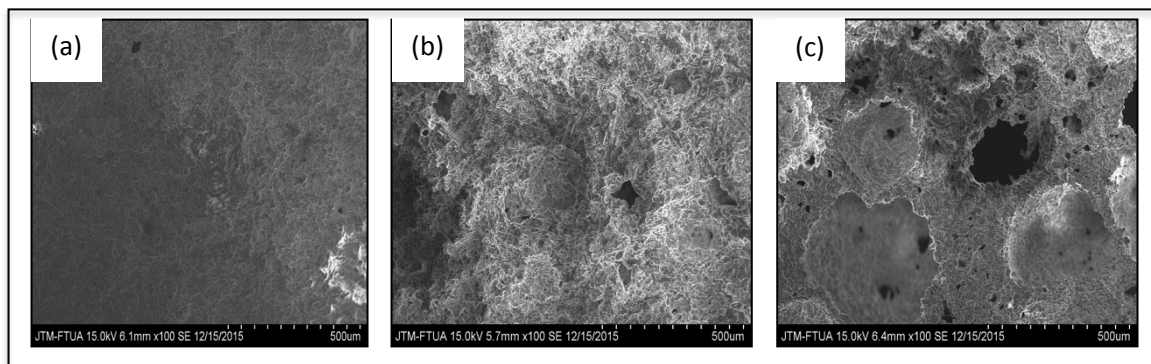


Gambar 5. Grafik Hubungan Waktu *Drying* dan Temperatur Terhadap Kuat Tekan (MPa) Setelah *Sintering* dengan Temperatur 1150°C

Pada Gambar 5 terlihat dengan meningkatnya waktu pengeringan akan meningkatkan kuat tekannya. Itu karena porositas *bodies* akan semakin kecil seiring dengan lamanya waktu pengeringan. Banyaknya jumlah pori pada suatu *bodies* sangat berpengaruh dengan kuat tekannya. Semakin banyak pori pada suatu *bodies* akan memperbesar porositasnya sehingga kuat tekan yang dihasilkan akan semakin kecil. Begitu juga bila jumlah pori pada *bodies* sedikit, porositasnya juga kecil maka kuat

tekannya akan besar. Pada gambar 5. untuk grafik temperatur 160°C pada waktu 30 sampai 50 kuat tekannya semakin menurun karena pada rentang itu terjadi proses *foaming* yang mana pada saat proses itu porositas akan semakin besar sampai kapasitas maksimum *foaming* tercapai. Setelah itu akan terjadi proses konsolidasi dan proses *stabilizing* yang mana akan menyusutkan *bodies* sehingga porositas akan semakin mengecil dan kuat tekan akan mengalami kenaikan. Lalu untuk temperatur pengeringan, semakin naik suhu akan memperkecil kuat tekan, karena seiring dengan bertambahnya temperatur maka proses pengembangan protein untuk membentuk pori akan semakin besar juga sehingga memperbesar porositas *bodies*. Seperti yang dijelaskan semakin besar porositas maka kuat tekannya akan semakin kecil. Didapatkan bahwa kuat tekan yang paling tertinggi adalah pada waktu 30 menit dengan temperatur 160°C. Sedangkan untuk kuat tekan yang paling rendah terbentuk di temperatur 200°C dengan waktu pengeringan 30 menit.

Pada gambar 6 TCP berpori mempunyai pori yang berjenis *open cell* dan *spherical cell*. Dari gambar ini dapat dilihat bahwa semakin tinggi temperature pengeringan menghasilkan ukuran pori yang semakin besar, dengan semakin besarnya ukuran pori maka *porous body* pun akan semakin rapuh



Gambar 6. Makrostruktur sampel dengan temperatur pengeringan (a) 160°C (b) 180°C dan (c) 200°C

4. Kesimpulan

Temperatur pengeringan yang semakin tinggi menghasilkan persentase penyusutan yang kecil, porositas yang besar, densitas yang kecil, kuat tekan yang kecil. Waktu pengeringan yang semakin tinggi menghasilkan persentase penyusutan yang kecil, porositas yang kecil, densitas yang besar, kuat tekan yang besar untuk temperatur 180°C dan 200°C, sedangkan untuk 160°C akan kecil dikarenakan waktu kapasitas foamingnya. TCP yang diperoleh dari variasi waktu dan temperatur pengeringan memiliki porositas 45.46-61.70% dan densitas 1.20 – 1.72 g/cm³ dengan kuat tekan pada rentang 8.04-8.64 MPa. Yang terbaik adalah waktu pengeringan 30 menit dengan temperature 160°C yang memiliki kuat tekan 8.64 Mpa. Untuk yang terbaik adalah pada temperatur 160°C dengan waktu pengeringan 30 menit.

Daftar Pustaka.

- Djuwita, I. (2012). Proliferasi dan diferensiasi sel tulang tikus dalam medium kultur in vitro yang mengandung ekstrak batang cissus quadrangula salibs. *Jurnal Kedokteran Hewan*. 6(2): 75.
- Dobos, P. (2012). Synthesis of foamed bioceramics for potential medical applications. Tesis Master. Brno University of Technology.
- Lee, D. D., Rey, C., Ailova & Tofighi, A. (2005). *Bioceramics composition*. US Patent No. 6,972,130 B1
- Lobo, S. E & Arinzeh, T. L. (2010). Biphasic Calcium Phosphate Ceramics for Bone Regeneration and Tissue Engineering Applications Materials. 3: 815-826.
- 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.
- Venkatesan J, Kim S.K. (2010). Effect of temperature on isolation and characterization on Hydroxyapatite from tuna (*tunnus obesus*) bone. *Journal Material*. 3: 4761-4772.
- 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.
- Kang, S-J., L. (2005). *Sintering: densification, grain growth and microstructure*. Amsterdam: John Wiley & Sons.
- Sopyan, I. & Kaur, J. (2009). Preparation and characterization of porous hydroxyapatite through polymeric sponge method. *Journal of Ceramic International*. 35: 3161-3168.
- Sopyan, I., Mel, M., Ramesh, S. & Khalid, K. A. (2007). Porous hydroxyapatite for artificial bone applications. *Journal of Science and Technology of Advanced Materials*. 8: 116-123.
- Venkatesan J, Kim S.K. (2010). Effect of temperature on isolation and characterization on Hydroxyapatite from tuna (*tunnus obesus*) bone. *Journal Material*. 3: 4761-4772.