

Sintesis Serbuk Hidroksiapatit Menggunakan Metode *Mechanochemical*

¹⁾Siska Priscillia Aledya, ²⁾Ahmad Fadli, ²⁾Zultiniar

¹⁾Mahasiswa Program Studi Sarjana Teknik Kimia ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia,
Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
siskapa21@gmail.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite (HAp) is a material that has the same structure and material composition with the main minerals of teeth and human bones so it can be used as bone and dental implants. The purpose of this study was to synthesis hydroxyapatite, determine the effect of variations in the ball sizes and the ratio of a mass of precursors to balls size of crystals and particles, and morphology of hydroxyapatite produced by the mechanochemical method. First, 0,5 gram Calcium Oxide (CaO), 0,6 gram ammonium dihydrogen phosphate (NH₄H₂PO₄) and 10 ml distillate water with a mole ratio of Ca/P 1,67 were milled using Shaker Mill PPF UG. Two different ball sizes (3mm and 6mm) and three different PBRs (1:1,439; 1:2,878; and 1:4,318) were used in this method. Precursor and balls were milled in milling speed 850 rpm for 6 hours with interval every 15 min paused for 5 min. The slurry dried in an oven with 120°C for 2 hours then sintered at 900°C for an hour. The synthesized powder was analyzed by XRD, PSA, and SEM confirmed the formation of HAp structure with nanocrystallite size, morphology in all variables. The crystallite size increased with increasing PBR. At PBR 1:2,878 and ball size 6 mm was obtained crystallite size about 24,78 nm with 95% crystallinity. The particle size decreased with increasing PBR. Morphology of hydroxyapatite was ununiform to granular with mol ratio Ca/P 1,81.

Keywords: ball mill, hydroxyapatite, mechanochemical, powder to ball ratio

1. PENDAHULUAN

Biomaterial adalah bahan *inert* yang dapat diimplantasikan ke dalam sistem atau jaringan hidup sebagai pengganti fungsi dari jaringan alami yang mengalami kerusakan. Material ini bersifat biokompatibel dengan tubuh manusia. Biomaterial ini biasanya diaplikasikan pada dunia kedokteran, terutama pada ortopedi dan kedokteran gigi (Enderle dkk, 2005).

Indonesia memiliki jumlah kasus operasi bedah tulang yang cukup signifikan, yaitu berkisar antara 300-400 kasus operasi bedah tulang perbulan. Tulang mempunyai peranan penting karena merupakan rangka yang memberi bentuk pada tubuh manusia dan merupakan komponen yang menunjang aktivitas serta mobilitas manusia sehari-hari. Aktivitas

dan mobilitas akan sangat terganggu jika terjadi disfungsi pada jaringan keras ini karena kecelakaan ataupun penyakit (Suryadi, 2011).

Tulang merupakan bagian penting dalam tubuh manusia sebagai alat gerak pasif. Kerusakan jaringan tulang oleh berbagai kelainan maupun penyakit dapat menyebabkan kecacatan struktur yang akan menimbulkan gangguan fungsi tubuh. Upaya untuk memperbaiki kecacatan struktur tubuh dapat dilakukan dengan penambahan atau penggantian jaringan (Sedyono dan Tontowi, 2008).

Tingginya kasus kerusakan tulang tersebut menyebabkan meningkatnya kebutuhan akan biomaterial atau biasa disebut pengganti tulang. Salah satu contoh

biomaterial yaitu hidroksiapatit. Hidroksiapatit dapat digunakan sebagai implan sintetik karena memiliki struktur yang sama dengan struktur tulang dan gigi (Alqab dan Sopyan, 2009). Penambahan atau penggantian jaringan yang telah digunakan saat ini menggunakan hidroksiapatit berbasis kalsium fosfat yang diimplan pada tulang. Oleh karena itu, dibutuhkan suatu material implan tulang buatan yang dapat mempercepat proses pembentukan jaringan tulang (Trianita, 2012).

Mechanochemical adalah sebuah proses sederhana untuk menghasilkan serbuk hidroksiapatit berkaitan dengan transformasi kimia yang disebabkan oleh cara mekanis seperti kompresi, geser, atau gesekan. Pada penelitian ini, serbuk hidroksiapatit disintesis melalui metode *mechanochemical* dan efek dari parameter proses *mechanochemical* (rasio prekursor terhadap bola giling dan ukuran bola giling) pada serbuk hidroksiapatit dipelajari.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah 10 ml akuades, 0,5 gram CaO, dan 0,6 gram $\text{NH}_4\text{H}_2\text{HPO}_4$.

2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah batang pengaduk, bola giling, cawan penguap, *furnace*, oven, gelas ukur 10 ml, neraca analitik, dan *Shaker Mill PPF UG for Nanostructure Material*.

2.3 Variabel

Variabel yang digunakan adalah perbedaan ukuran bola giling (3 mm dan 6 mm) dan rasio berat prekursor terhadap bola giling (PBR) sebesar 1:1,439; 1:2,878; dan 1:4,318.

2.4 Prosedur Penelitian

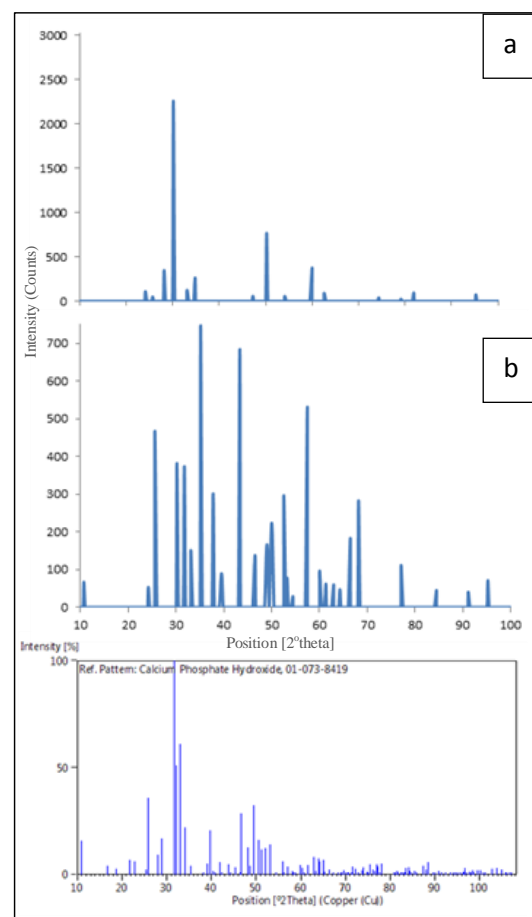
Prekursor dan bola giling di *milling* dengan kecepatan 850 rpm selama 6 jam, interval setiap 15 menit didiamkan 5 menit.

Hasil *slurry* yang terbentuk dikeringkan dalam oven dengan suhu 120°C selama 2 jam, kemudian disintering pada suhu 900°C selama 1 jam. Serbuk hidroksiapatit yang dihasilkan dianalisa menggunakan XRD, PSA, BET dan SEM.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisa XRD

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui jenis, ukuran, struktur kristal senyawa apatit yang diperoleh, dan parameter kisi setiap sampel. Karakterisasi pola *X-Ray Diffraction* (XRD) dari hidroksiapatit dilakukan terhadap seluruh sampel hidroksiapatit yang diperoleh dari hasil sintesis.



Gambar 1 Difraktogram HA pada Bola Rasio 1:2,878 dengan Ukuran Bola Giling (a) 6 mm dan (b) 3 mm

Puncak dengan intensitas tertinggi pada sampel bola giling ukuran 6 mm dengan rasio 1:2,878 dengan sudut 2θ ,

yaitu $30,1691^\circ$ pada hkl (300) dengan tinggi puncak $3017,04$ counts. Sedangkan pada bola giling ukuran 3 mm puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sampel bola kecil dengan rasio 1:4,318 dengan sudut 2θ , yaitu $43,3366^\circ$ dengan tinggi puncak $683,87$ counts.

Semakin besar rasio prekursor terhadap bola giling, maka semakin tinggi intensitas yang dihasilkan. Semakin tinggi intensitas difraktogram dari suatu sampel maka semakin mendekati karakteristik dari hidroksiapatit yang diinginkan. Semakin kecil lebar puncak difraktogram maka ukuran kristal akan semakin besar, begitu sebaliknya (Abdullah dan Khairurrijal, 2009).

Semakin besar rasio massa prekursor terhadap bola giling dan semakin kecil ukuran bola giling maka semakin besar ukuran kristal HA yang diperoleh. Kristalinitas yang tinggi diperoleh pada sampel dengan bola berukuran 6 mm dengan rasio massa prekursor terhadap bola giling 1:2,878 sebesar 95%. Adanya kenaikan ukuran diameter kristal pada sampel ini dikarenakan aglomerasi pada saat *milling*.

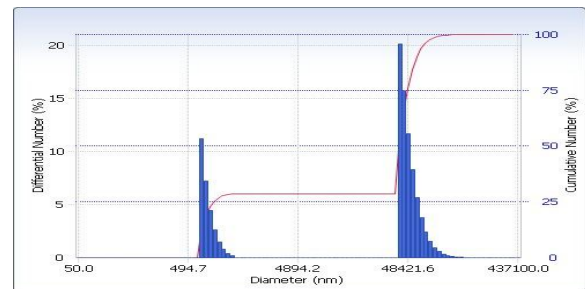
3.2 Analisa PSA

Karakterisasi partikel menggunakan PSA dilakukan untuk mengetahui ukuran diameter partikel dari hidroksiapatit yang dihasilkan.

Penambahan rasio berat cenderung mengakibatkan penurunan ukuran diameter partikel. Hal ini dikarenakan semakin banyaknya tumbukan antara bola giling dengan dinding vial dan prekursor mengakibatkan semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan.

Distribusi ukuran partikel hidroksiapatit pada rasio berat 1:1,439 dan 1:4,318 dengan *range* diameter partikel 110-200 nm memiliki persentase distribusi berturut-turut sebesar 75,3% dan 70,5%. Sedangkan pada rasio 1:2,878 dengan *range* diameter partikel 53010-132800 nm memiliki persentase distribusi sebesar 23,9%. Besarnya diameter partikel

hidroksiapatit yang dihasilkan pada sampel dengan rasio 1:2,878 dikarenakan adanya kontaminasi yang disebabkan penggerusan pada dinding vial saat *milling*.

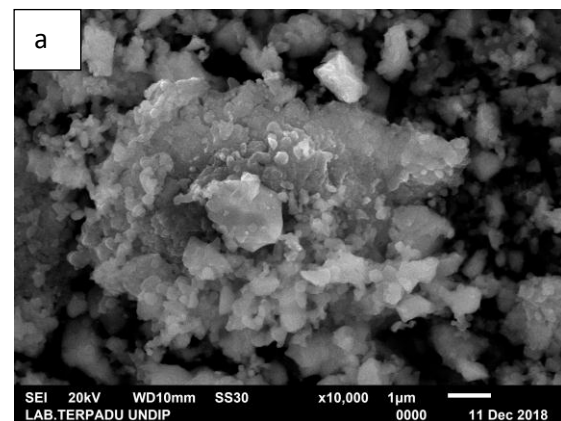


Gambar 2 Ukuran Partikel Hidroksiapatit pada Sampel Bola Ukuran 6 mm Rasio 1:2,878

3.3 Analisa SEM

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda.

Pada Gambar 3 hasil SEM sampel hidroksiapatit pada rasio berat 1:2,878 dengan ukuran bola giling 6 mm dan 3 mm bentuk partikel hidroksiapatit yang dihasilkan berupa granular.



Gambar 3 Hasil Analisa SEM pada Sampel Rasio Berat 1:2,878 dengan Ukuran Bola Giling 6 mm

Rasio mol Ca/P dari sampel hidroksiapatit diperoleh sebesar 1,81. Rasio mol ini mengalami kenaikan dari rasio awal sebesar 1,67. Adanya senyawa lain dalam bentuk kalsium memungkinkan terjadinya

kenaikan rasio Ca/P pada sintesis serbuk hidroksiapatit ini.

4. KESIMPULAN

Hidroksiapatit dengan ukuran kristal 19,74-25,09 nm berhasil disintesis menggunakan metode *mechanochemical* dengan alat *Shaker Mill PPF UG*. Semakin besar rasio massa prekursor terhadap bola giling dan semakin kecil ukuran bola giling maka ukuran kristal HA semakin besar tapi tidak cukup signifikan. Pada rasio berat 1:2,878 dan ukuran bola 6 mm diperoleh ukuran kristal sebesar 24,78 nm dengan kristalinitas 95%. Morfologi HA yang terbentuk berupa granular dengan rasio akhir Ca/P 1,81.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kemenriset DIKTI atas pembiayaan seluruh penelitian pada tahun 2018.

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. 2 (1) : 8-9.

Alqap, A., dan I. Sopyan. 2009. Low Temperature Hydrothermal Syntesis of Calcium Phosphate Ceramics: Effect of excess Ca Precursor on Phase Behavior. *Indian Journal of Chemistry*. 48 : 1492-1500.

Enderle, J.D., S. M. Blanchard., dan J.D. Bronzino. 2005. *Introduction to Biomedical Engineering*. Second Edition. Elsevier Academic Press. London.

Sedyono, J., dan A. Tontowi. 2008. Proses Sintesis dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit dari Gypsum Alam. *Media Mesin*. 1(9) :6-12.

Suryadi. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan

Proses Pengendapan Kimia Basah. *Tesis*. Universitas Indonesia.

Trianita, V. 2012. Sintesis Hidroksiapatit Berpori dengan Porogen Polivinil Alkohol & Pati. *Skripsi Sarjana*. Institut Pertanian Bogor.