

PENGARUH PENAMBAHAN WHEAT PARTICLES DAN WAKTU SINTERING PADA FABRIKASI TRICALCIUM PHOSPHATE DENGAN METODE STARCH CONSOLIDATION

Rathesa Najela¹, Ahmad Fadli², Zultiniar²

¹ Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, ² Dosen Jurusan Teknik Kimia,
Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
rathesa.rn@gmail.com

ABSTRACT

Tricalcium phosphate (TCP) is a porous material that can be used as a bone substitute. One method of making the porous TCP is starch consolidation using wheat particles. This research aims to determine the effect of composition of wheat particles and sintering time on physical, chemical and mechanical TCP porous prepared by starch consolidation method. Wheat particles with variation of 4 g, 6 g and 8 g mixed with TCP suspension and then stirred for 3 hours. Slurry was dried in an oven at 80°C for 24 hours and 120°C for 8 hours. The dried green bodies inserted into the furnace where the combustion process occurred at a temperature of 600°C for 1 hour, followed by sintering at a temperature of 1100°C with variation of 1 hour, 2 hours and 3 hours. The results show that more addition of starch cause high shrinkage and porosity with low density and compressive strength. While for long sintering time lead to decline porosity with high shrinkage, density, and compressive strength. Produced sintered body in the addition of starch 4 g with sintering time of 3 hours showed 48.32 % shrinkage with 45.56 % porosity and 5.002 MPa compressive strength.

Keyword : compressive strength, porosity, tricalcium phosphate, wheat particles

1. Pendahuluan

Tulang merupakan bagian yang sangat penting karena tulang adalah jaringan yang berfungsi sebagai rangka, penyokong dan pelindung organ tubuh serta sebagai penghubung antar otot sehingga memungkinkan terjadinya gerakan [Rivera-Munoz, 2011]. Meningkatnya kasus kerusakan tulang di Indonesia dipicu oleh usia maupun faktor pola makan yang tidak sehat [Nurlaela, 2009]. The Indonesian Orthopaedic Association (IOA) melaporkan bahwa sebanyak 60% pasien Unit Gawat Darurat (UGD) di rumah sakit di Indonesia adalah kasus cedera patah tulang [Gumay,

2013]. Kerusakan/cacat pada tulang mengakibatkan terganggunya fungsi tersebut sehingga tulang perlu diperbaiki. Banyak upaya telah dilakukan dalam pengembangan biomaterial untuk perbaikan atau penggantian tulang.

Untuk merespon kebutuhan yang tinggi tersebut, maka banyak dilakukan penelitian dalam pengembangan biomaterial agar didapatkan biomaterial yang sangat tepat dan berharga murah. Biomaterial yang banyak digunakan untuk substitusi tulang adalah biokeramik yang merupakan senyawa *calcium phosphate*. Penggunaan *biomaterials* sebagai tulang implan merupakan salah satu alternatif yang telah banyak dikembangkan

karena *biomaterials* merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak [Park dkk, 2000].

Biomaterials merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak [Park dkk., 2000]. Salah satu jenis *biomaterials* yaitu biokeramik memberikan pendekatan alternatif dalam pengobatan cacat tulang dan memungkinkan mengganti beberapa bagian tubuh manusia. Perbaikan/penggantian tulang dengan biomaterials memiliki beberapa karakteristik agar implantasi dapat berkoordinasi baik dengan jaringan tulang.

Tricalcium phosphate (TCP) dengan rumus $(Ca_3(PO_4)_2)$ merupakan salah satu *biocompatible ceramics* yang sifat fisik dan kimianya mirip dengan struktur mineral tulang dan gigi manusia. TCP adalah *bioresorbable ceramics* yang telah banyak digunakan dalam perbaikan tulang dan *coating metal* dalam penggantian jaringan.

Starch consolidation merupakan metode pembentukan pori dengan menambahkan pati pada keramik [Lyckfeldt & Ferreira, 1997]. Metode *Starch consolidation* merupakan metode baru dalam pembuatan keramik berpori dengan menggunakan konsolidator berupa *starch*, peran dari *starch* ini adalah sebagai agen pembentuk *gel* dan pori. *Starch* merupakan zat pati yang terdiri dari jagung, sorgum, kentang, ubi dan wheat/terigu. Umumnya *starch* berwarna putih dan tidak larut dalam air pada suhu ruang. Tujuan dari penelitian ini adalah membuat TCP berpori dengan menggunakan metode *starch consolidation* dan mengetahui pengaruh komposisi *wheat particles* dan waktu *sintering* terhadap sifat fisik, kimia dan mekanik TCP berpori yang dibuat dengan metode *starch consolidation*.

2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan

Bahan baku penelitian meliputi bubuk TCP

(Sigma Aldrich, Jerman), *wheat particles*/terigu (PT Indofood Sukses Makmur Tbk, Indonesia), Akuades, HNO_3 (Merck, Jerman) dan Minyak goreng.

Alat yang dipakai

Alat utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *furnace* yang berfungsi sebagai tempat terjadinya *burning* dan *sintering*. Peralatan penunjang yang dipakai meliputi *oven*, *stirrer*, *stainless steel mold*, jangka sorong dan mistar.

Prosedur Penelitian

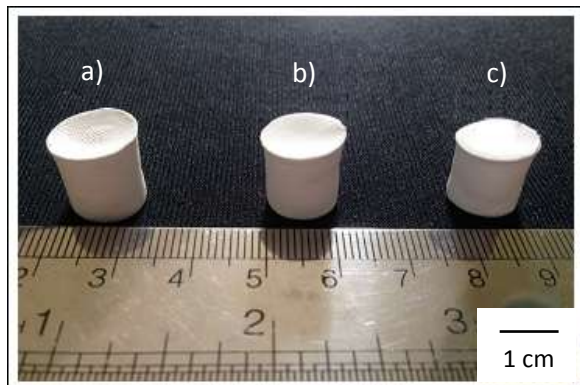
Prosedur penelitian ini dimulai pada tahap persiapan *slurry* dengan mencampurkan 12 gr bubuk TCP, 35 ml akuades, dan *wheat particles* (variasi 4 gr, 6gr dan 8 gr). Setelah itu ditambahkan HNO_3 dimana pH campuran sebesar 3,5 yang diukur menggunakan pH meter. Selanjutnya diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 3 jam. Selanjutnya campuran dalam *mould* dipanaskan pada suhu $100^\circ C$ selama 30 menit. Setelah itu *green bodies* dilepas dari *mould* dan dikeringkan dalam *oven* pada suhu $80^\circ C$ selama 24 jam dan dilanjutkan pada suhu $120^\circ C$ selama 8 jam. Sampel yang telah kering tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *furnace*. Didalam *furnace* terjadi proses pembakaran dan *sintering*. Pembakaran dilakukan pada suhu $600^\circ C$ selama 1 jam dan diakhiri dengan proses *sintering* dimana waktu *sintering* (variasi 1 jam, 2 jam dan 3 jam) dengan suhu $1100^\circ C$.

3. Hasil dan Pembahasan

Untuk mengetahui pengaruh jumlah *starch* terhadap TCP berpori maka dilakukan variasi jumlah *starch* sebanyak 4 gr, 6 gr dan 8 gr. Campuran TCP dan *starch* ditambahkan air hingga membentuk suspensi dan diaduk sehingga viskositas *slurry* akan bertambah [Lyckfeldt & Ferreira, 1997]. Partikel *starch* akan

terdispersi dalam air dan membentuk *gel* karena adanya pemanasan. Selanjutnya terjadi proses pengeringan sehingga dihasilkan *green bodies*. Dari *green bodies* yang dihasilkan didapatkan sampel dengan bentuk silinder dan tidak terjadi perubahan yang signifikan baik dari segi bentuk maupun warna dengan variasi penambahan *starch* pada 4 gr, 6gr, dan 8 gr sehingga metode ini dapat digunakan untuk pembuatan TCP berpori.

Untuk mengetahui pengaruh waktu *sintering* terhadap TCP berpori maka dilakukan proses *sintering* pada suhu 1100°C dengan waktu *sintering* selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam sehingga hasil *sintering* yang berupa *sintered bodies* dapat dilihat pada Gambar 1.



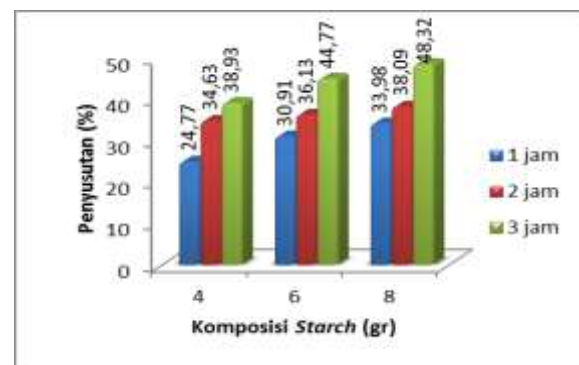
Gambar 1. *Sintered bodies* suhu 1100°C dengan waktu *sintering* (a) 1 jam (b) 2 jam dan (c) 3 jam

Pada saat proses *sintering* berlangsung, tidak terjadi deformasi atau kerusakan pada badan sampel seperti terlihat pada Gambar 1. Hanya saja *sintered bodies* tersebut mengalami penyusutan setelah mengalami proses *sintering* pada waktu 3 jam. Hal ini disebabkan oleh struktur partikel material akan tumbuh (*coarsening*) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi) [Kang, 2005].

Pada penelitian ini *physical properties* yang diukur adalah persentase penyusutan, porositas dan densitas. Setelah dilakukan

proses *sintering* pada waktu 1 jam, 2 jam dan 3 jam masing-masing sampel mengalami penyusutan volume (*shrinkage*). Penyusutan volume yang terjadi untuk sampel dengan waktu *sintering* 1 jam 24,77-33,98%, untuk sampel dengan waktu *sintering* 2 jam di dapatkan penyusutan volume sebesar 34,63-38,09% dan untuk sampel dengan waktu *sintering* 3 jam didapatkan penyusutan volume sebesar 38,93-48,32%.

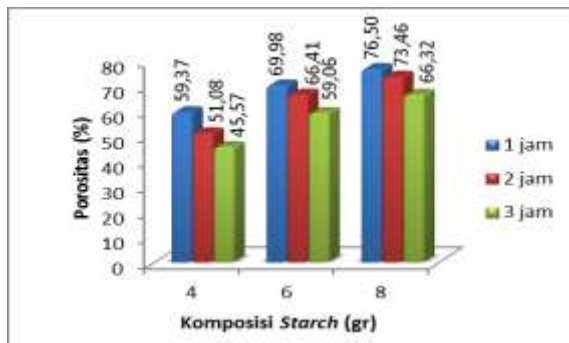
Terlihat pada Gambar 2 penambahan *starch* yang semakin banyak menyebabkan penyusutan yang semakin besar. Penyusutan terjadi karena hilangnya *starch* saat proses *burning*, dimana partikel yang mula-mula menyebar akan membentuk kelompok, mendekat dan berkontak satu sama lain sehingga pada proses tersebut *starch* yang terbakar akan meninggalkan pori pada dinding keramik. Pori akan menjadi ruang kosong yang bergerak dari pusat menuju permukaan luar bodi selama proses *sintering* dan pada saat yang sama partikel bergerak ke permukaan dalam dari bodi keramik. Pergerakan partikel ini menyebabkan penyusutan bodi [Fadli dan Komalasari, 2013]. Hal ini mengakibatkan ukuran body sampel menjadi semakin kecil.



Gambar 2. Hubungan jumlah *starch* terhadap penyusutan (%-v) setelah *sintering* dengan waktu *sintering* 1 jam, 2 jam dan 3 jam

Penyusutan body sampel juga dipengaruhi oleh waktu *sintering*. Waktu

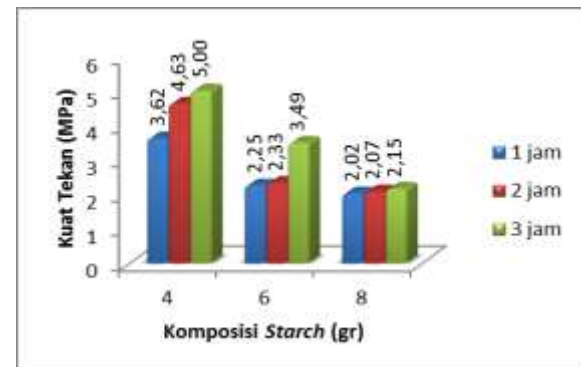
sintering yang semakin lama akan meningkatkan penyusutan. Hal ini disebabkan oleh struktur partikel material akan tumbuh (*coarsening*) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi) [Kang, 2005]. Oleh karena itu, sampel dengan waktu *sintering* paling lama akan mengalami penyusutan paling besar.



Gambar 3. Hubungan jumlah *starch* terhadap porositas (%) setelah *sintering* dengan waktu *sintering* 1 jam, 2 jam dan 3 jam

Gambar 3 menunjukkan porositas sampel berada pada rentang 45,57-76,49%. Penambahan jumlah *starch* yang semakin besar menyebabkan bertambahnya nilai porositas. Hal ini disebabkan oleh *starch* yang telah dihilangkan ketika proses *burning*. *Starch* merupakan agen pembentuk pori sehingga semakin banyak *starch* yang digunakan maka akan meningkatkan porositas. Selain itu, dengan bertambahnya waktu *sintering* juga menyebabkan semakin berkurangnya porositas yang terjadi pada sampel. Hal ini disebabkan selama proses *sintering* terjadi tahap penyusutan yang akan menyebabkan terjadinya penurunan volume dan sampel yang *disintering* akan menjadi lebih padat. Penyusutan ini menyebabkan kepadatan pori akan meningkat dan sifat mekanis dari sampel TCP berpori tersebut juga akan meningkat. Porositas yang semakin kecil mengidentifikasikan sampel berstruktur lebih padat sehingga memiliki densitas yang lebih besar. Adapun kualitas pori yang baik ditunjukkan pada sampel dengan variasi penambahan *starch* 6 gr dan

waktu *sintering* 1 jam sebesar 69,98% karena mendekati standar porositas yang efektif yaitu $\pm 70\%$ [Keaveny, 2004].



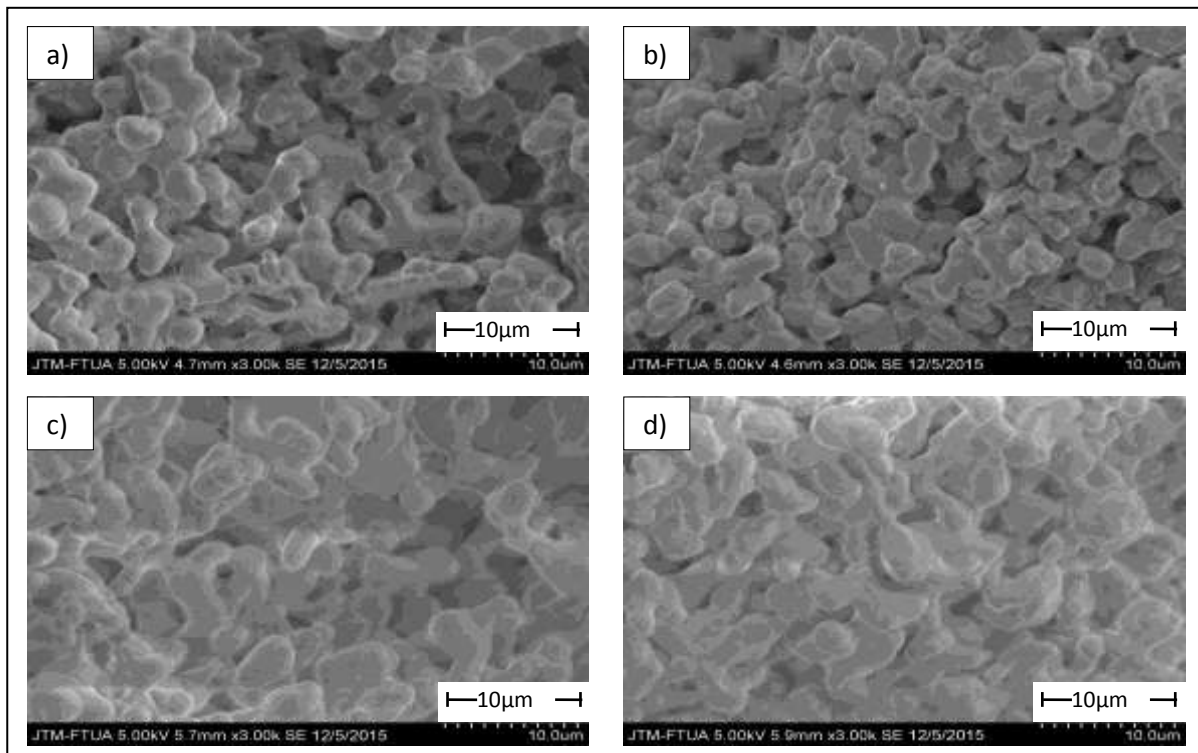
Gambar 4. Hubungan jumlah *starch* terhadap kuat tekan (MPa) setelah *sintering* dengan waktu *sintering* 1 jam, 2 jam dan 3 jam

Pada Gambar 4 terlihat bahwa penambahan jumlah *starch* akan menurunkan nilai kuat tekan TCP yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan dengan meningkatnya jumlah *starch* yang digunakan maka jumlah pori yang terbentuk juga akan semakin banyak. Gibson & Asby [1988] menyatakan bahwa kuat tekan (*compressive strength*) keramik berpori akan meningkat seiring dengan berkurangnya porositas. Waktu *sintering* mempengaruhi sifat mekanik sampel dimana nilai kuat tekan akan meningkat sesuai dengan kenaikan lama waktu *sintering*. Ini disebabkan oleh partikel semakin kompak dan memadat sehingga dihasilkan kuat tekan yang semakin besar. Pada saat waktu *sintering* 1 jam, sampel dengan porositas 59,36; 69,97 dan 76,49% memiliki kuat tekan 3,62; 2,25 dan 2,01 Mpa, sampel pada waktu *sintering* 2 jam dengan porositas 51,08; 66,40 dan 74,33% memiliki kuat tekan 4,63; 2,32; 2,07 Mpa sedangkan sampel pada waktu *sintering* 3 jam dengan porositas 45,56; 59,06; 71,63% memiliki kuat tekan 5,002; 3,48; 2,14 Mpa. Dari data tersebut, dapat disimpulkan bahwa porositas berpengaruh terhadap nilai kuat tekan,

dimana semakin rendah nilai porositas sampel, maka semakin tinggi nilai kuat tekannya sehingga sampel akan menjadi kuat dan padat. Secara umum, semua sampel tersebut termasuk pada rentang kuat tekan

tulang manusia, yaitu berkisar 2-230 MPa [Hench & Wilson, 1993].

Sintering green bodies pada suhu 1100°C dengan waktu *sintering* 1 jam, 2 jam dan 3 jam menghasilkan TCP berpori dengan morfologi seperti pada Gambar 5.



Gambar 5. Mikrostruktur sampel dengan penambahan *starch* a,b) 8 gr *sintering* 1 jam c,d) 4 gr *sintering* 1 jam e,f) 4 gr *sintering* 2 jam g,h) 4gr *sintering* 3 jam

Pada Gambar 5a dan 5b menunjukkan bahwa penambahan *starch* dengan waktu *sintering* yang sama menyebabkan jumlah pori semakin banyak. Gambar 5c dan 5d menunjukkan bahwa semakin lama waktu *sintering* menghasilkan jumlah pori semakin sedikit dan ukuran pori yang lebih rapat. Hal ini sesuai dengan Nurmanta dkk [2003] yang menyatakan bahwa ukuran pori pada sampel menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu *sintering*. Hal ini terjadi karena selama proses *sintering* berlangsung terjadi penumbuhan butir atau partikel karena adanya pembakaran suhu tinggi sehingga terjadi ikatan yang kuat antara masing-

masing butir dan menyebabkan material menjadi lebih padat. Semakin lama waktu *sintering* maka ukuran pori-pori akan menjadi lebih kecil. Dari Gambar 5 tersebut, terlihat perbedaan ukuran pori dari sintered body, Hulbert dkk [1987] menyatakan bahwa ukuran pori optimum untuk *osteoconduction* adalah 150µm, sedangkan menurut Emadi dkk [2010] untuk pertumbuhan tulang dibutuhkan pori berukuran 100-1000 µm sebagai saluran distribusi aliran darah.

4. Kesimpulan

TCP berpori telah berhasil dibuat dengan menggunakan metode *starch consolidation* menggunakan *starch* sebagai pembentuk pori. Komposisi *starch* yang semakin sedikit dan waktu *sintering* yang semakin lama akan menghasilkan porositas yang semakin kecil dan kuat tekan yang semakin besar. Porositas TCP berpori berkisar 45,57–76,49% dan kuat tekan 2,017-5,002 MPa. Hasil tersebut menunjukkan bahwa porositas dan kuat tekan TCP berpori dari penelitian ini memenuhi standar *graft* tulang sintetik (*cancellous bone*).

Daftar Pustaka

- Emadi, R., Tavangarian, F., Esfahani, S. I. R., Sheikhhosseini, A. & Kharaziha, M. (2010). Nanostructured forsterite coating strengthens porous hydroxyapatite for bone tissue engineering. *Journal of American Ceramics Society*. 93: 2679-2683.
- Fadli, A., & Komalasari. (2013). Metode pembuatan komposit berpori menggunakan cara protein foaming-*starch consolidation*. Indonesia Patent. P00201304608.
- Gibson, L. J. & Asby, M. F. (1988). *Cellular solids structure and properties*. Pergamon Press.
- Gumay, A. N. (2013). Indonesia kekurangan dokter ortopedi. <http://www.metrotvnews.com/metronews/read/2013/08/25/3/177127/Indonesia-Kekurangan-Dokter-Ortopedi>, diakses pada tanggal 12 Februari 2015.
- Hench, L. L. & Wilson, J. (1993). *An introduction to bioceramics*. Singapore: World Scientific Publishing Co Ltd.
- Hulbert, S. F., Bokros, J. C., Hench, L. L., Wilson, J. & Heimke, G. (1987). *Ceramics in clinical applications: past, present and future*. *Journal of American Ceramics Society*. 15: 189-213.
- Kang, S-J., L. (2005). *Sintering: densification, grain growth and microstructure*. Amsterdam: John Wiley & Sons.
- Keaveny, T. M. (2004). *Standard Handbook of Biomedical Engineering and Design*, McGraw Hill.
- Lyckfeldt, O. & Ferreira, J. M. (1997). Processing of porous ceramics by *starch consolidation*. *Journal of the European Ceramic Society*. 18: 131-140.
- Nurlaela, A. 2009. Penumbuhan kristal apatit dari cangkang telur ayam dan bebek pada kitosan dengan metode presipitasi. Tesis, Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Nurlaela, A. 2009. Penumbuhan kristal apatit dari cangkang telur ayam dan bebek pada kitosan dengan metode presipitasi. Tesis, Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Nurmanta, D.A, R. Izak D., Ady, J. (2014). Optimasi Waktu *Sintering* pada Pembuatan Hidroksiapatit Berpori Untuk Aplikasi Bone Filler Pada Kasus Kanker Tulang (Osteosarcoma). Universitas Airlangga, Surabaya.
- Park, S. H., Llinas A., Goel, V. K. & Keller, J. C. (2000). *Hard tissue replacement. The Biomedical Engineering Handbook: Second Edition*. Ed. Joseph D. Brozino. Boca Raton: CRC Press LLC.
- Rivera-Munoz, E. M. (2011). Buku teks Hydroxyapatite-based materials: synthesis and characterization, dalam Prof. R. Fazel (Ed.) (*Biomedical Engineering - Frontiers and Challenges*, In Tech). Croatia: In Tech Europe, 75-98.