

# PEMBUATAN TRIKALSIUM FOSFAT BERPORI MENGGUNAKAN METODE PROTEIN *FOAMING-CONSOLIDATION*

Abdul Rasyid<sup>1</sup>, Ahmad Fadli<sup>2</sup>, Fajril Akbar<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia S1, <sup>2</sup> Dosen Jurusan Teknik Kimia,  
Fakultas Teknik, Universitas Riau  
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293  
*Abdulrasyid8793@gmail.com*

## ABSTRACT

*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 slurry composition and sintering 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, egg yolk, sago powder and Darvan 821A. 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 180°C for 1 hour. Subsequently, dried samples were demolded and burned at 600°C for 1 hour. For the final steps, samples were sintered at 1000, 1100 and 1200°C for 1 hour. The compressive strength of porous bodies obtained from this research was 2.29-23.78 MPa with 19.10-71.36% porosity and density worth at 0.899 - 2.557 g/cm<sup>3</sup>.*

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

## 1. Pendahuluan

Tulang merupakan material komposit alamiah yang terdiri dari komponen organik dan inorganik. Komponen inorganik penyusun tulang (45-65 %) adalah suatu bentuk kalsium fosfat [Darwis & Warastuti, 2008]. Tulang 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. Banyak upaya telah dilakukan dalam pengembangan biomaterial untuk perbaikan atau penggantian tulang.

Banyak kasus yang terjadi terkait dengan kerusakan tulang (bone defect) seperti kanker tulang, periodontitis dan kecelakaan yang menyebabkan patah tulang

sehingga membutuhkan graft tulang sebagai pengganti tulang yang rusak. Saat ini graft tulang yang banyak digunakan pada bidang ortopedi yaitu natural bone antara lain autograft (tulang dari pasien yang sama), allograft (tulang dari donor manusia lain) dan xenograft (tulang hewan). Bone graft yang biasanya digunakan adalah autograft dan allograft. Namun, autograft tidak dapat memenuhi keseluruhan kebutuhan bone graft yang terus meningkat [Miranda dkk, 2013]. Sedangkan allograft dan xenograft dapat menimbulkan reaksi autoimun serta kemungkinan terjadinya transfer penyakit [Darwis & Warastuti, 2008].

Biomaterials merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak [Park dkk., 2000]. Biomaterials telah digunakan untuk menggantikan jaringan-jaringan biologis

dalam bidang kedokteran dan penggunaannya telah meningkat secara signifikan dalam 10 tahun terakhir [Dobos, 2012]. Osteointegration, osteoconduction, osteoinduction dan osteogenesis merupakan karakteristik biologi yang harus dimiliki biomaterials. Karakteristik lain yang harus dimiliki biomaterials adalah karakteristik fisik, meliputi kuat tekan, densitas, derajat porositas, ukuran, distribusi dan morfologi serta interkoneksi antar pori.

Trikalsium fosfat ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) 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.

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.

## 2. Metode Penelitian

### Bahan yang digunakan

Bahan baku penelitian meliputi bubuk TCP (Sigma Aldrich, Jerman). Kuning telur yang telah diisolasi 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 furnace yang berfungsi sebagai tempat terjadinya burning dan sintering. Peralatan penunjang yang dipakai meliputi oven, stirrer, stainless steel mold, jangka sorong dan mistar.

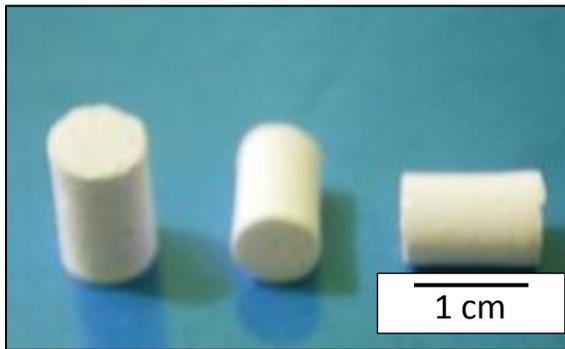
### Prosedur Penelitian

Penelitian ini dimulai dengan persiapan slurry. Slurry disiapkan dengan mencampur bubuk 24 gr TCP, 3 gr starch, 6 gr Darvan 821A dan 24, 36 dan 48 gr kuning telur 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  $180^\circ\text{C}$  selama 1 jam 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  $600^\circ\text{C}$  (laju pemanasan  $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ ) untuk menghilangkan kuning telur sehingga terbentuk pori di dalam green bodies dan diakhiri dengan sintering (laju pemanasan  $2^\circ\text{C}/\text{menit}$ ) pada suhu 1000, 1100 dan  $1200^\circ\text{C}$  masing-masing selama 1 jam.

## 3. Hasil dan Pembahasan

Untuk mengetahui pengaruh temperatur sintering terhadap keramik berpori, Sintering dilakukan pada temperatur 1000, 1100 dan  $1200^\circ\text{C}$  dengan rasio komposisi TCP : kuning telur : tepung sagu : darvan 821A sebesar 24 gr : 24 gr : 3 gr : 6 gr. Setelah melakukan sintering, didapatkan sampel dengan bentuk silinder. Terlihat pada Gambar 3.1 Pada temperatur sintering  $1000^\circ\text{C}$  dan  $1100^\circ\text{C}$  tidak terjadi deformasi atau kerusakan pada sampel setelah mengalami proses sintering, akan tetapi pada

sampel dengan temperatur sintering 1200°C terjadi deformasi karena temperature sintering yang digunakan sudah mendekati titik leleh dari TCP. Pada Gambar 3.1 (c) terdapat penumpukan material pada bagian bawah sampel, ini dikarenakan pada saat sintering sampel sudah mulai meleleh.



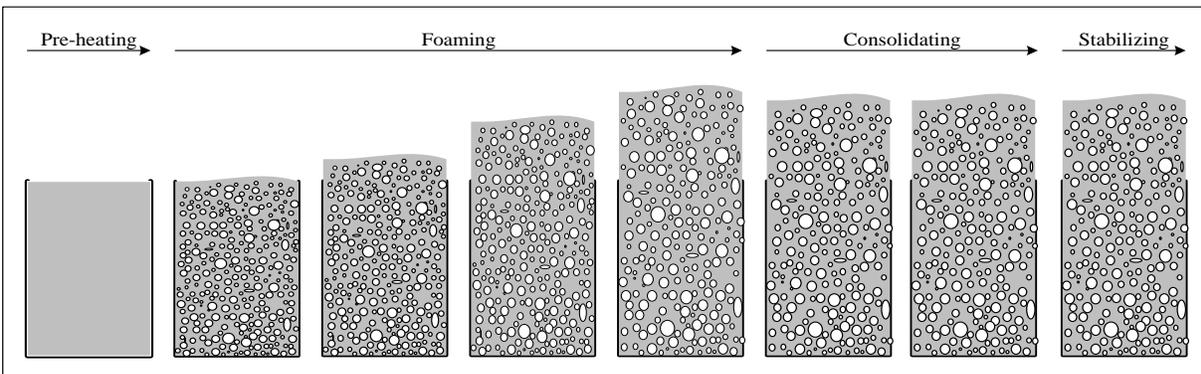
Gambar 4.1 *Porous bodies* yang di sintering pada temperatur 1100°C

Untuk mengetahui pengaruh komposisi slurry terhadap keramik berpori, dilakukan variasi terhadap jumlah kuning telur yang digunakan, yaitu 24 gr, 36 gr dan 48 gr yang kemudian di sintering pada temperatur 1100°C. Pada Gambar 4.2 dapat dilihat bahwa dengan melakukan perubahan pada komposisi slurry pada saat proses pembuatan keramik berpori, porous bodies yang dihasilkan tidak mengalami kerusakan ataupun deformasi. Hal ini terjadi karena komponen organik yang terdapat di dalam bodies telah dihilangkan terlebih dahulu sebelum memasuki tahap sintering.

selama pemanasan terjadi empat tahapan proses, yaitu pre-heating, foaming, consolidating dan stabilizing. Tahap pre-heating terjadi pada saat 2 menit awal pengeringan, pada tahap ini terjadi denaturation, yaitu perubahan struktur protein tanpa adanya perubahan volum dari protein tersebut [Sopyan dkk, 2012].

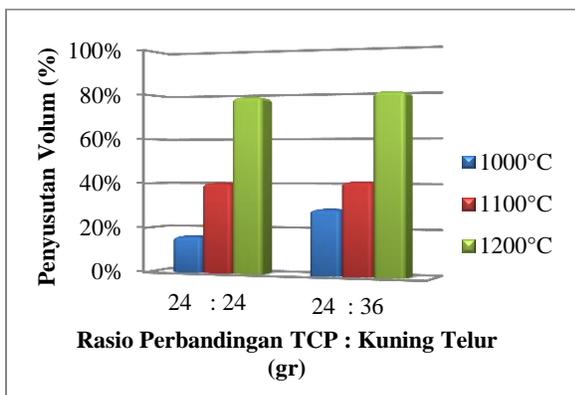
Kemudian pada saat waktu pengeringan 3-18 menit, slurry mengalami foaming yang ditunjukkan oleh peningkatan volume dari slurry sampai mencapai volum maksimum. Peningkatan volume ini terjadi karena kemampuan foaming dari kuning telur didalam slurry. Pada waktu pengeringan dari 19-22 menit, kuning telur 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 22 menit, tidak ada terjadi perubahan volum yang dapat diamati, ini menandakan drying bodies telah mencapai tahap stabilizing.

Pada penelitian ini physical properties yang diukur adalah persentase penyusutan, porositas dan densitas. Setelah dilakukan proses sintering pada temperatur 1000, 1100 dan 1200°C masing-masing sampel mengalami penyusutan volume (shrinkage). Penyusutan volume yang terjadi untuk sampel dengan temperatur sintering 1000°C adalah 16,39-39,15%, untuk sampel dengan temperatur sintering 1100°C di dapatkan penyusutan volume sebesar 40,37-44,45% dan untuk sampel dengan temperatur sintering 1200°C didapatkan penyusutan volum sebesar 78,59-80,56%.



Gambar 4.4 Mekanisme Proses Foaming-Consolidating Selama Pemanasan

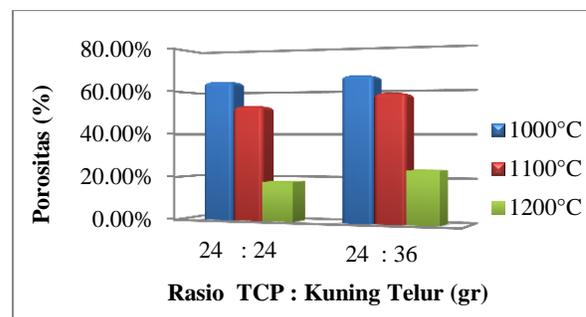
Terlihat pada Gambar 4.5 temperatur sintering yang semakin tinggi menyebabkan penyusutan yang semakin besar. Kenaikan temperatur akan memperbesar laju densifikasi sampel sehingga partikel-partikel keramik menjadi semakin padat dan bersatu dengan kuat [Kang, 2005]. Hal ini mengakibatkan ukuran body sampel menjadi semakin kecil.



Gambar 4.5 Grafik hubungan komposisi slurry terhadap penyusutan (%-v) setelah sintering dengan temperatur sintering 1000, 1100, dan 1200°C

Penyusutan body sampel juga dipengaruhi oleh komposisi slurry. Jumlah kuning telur yang meningkat akan meningkatkan jumlah air yang terikat dengan TCP. Hal ini terjadi karena didalam kuning telur terdapat air sebesar 24%. Air

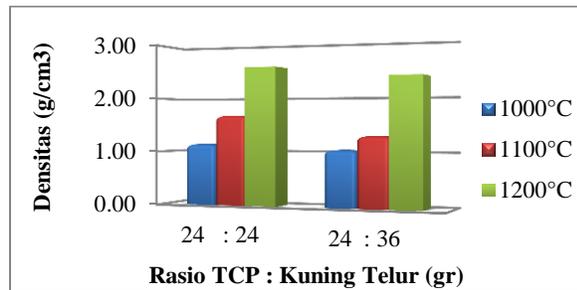
terikat ini akan terlepas dari partikel keramik ketika proses burning dan sintering. Oleh karena itu, sampel dengan jumlah kuning telur yang paling banyak akan mengalami penyusutan paling besar. Namun, pada sintering dengan temperatur yang lebih tinggi rentang perbedaan penyusutan antar sampel yang komposisinya di variasikan tidak terlalu signifikan.



Gambar 4.6 Grafik hubungan komposisi slurry terhadap porositas (%) setelah sintering dengan temperatur sintering 1000, 1100, dan 1200°C

Gambar 4.6 menunjukkan porositas sampel pada rentang 18,10 - 71,36%. Bertambahnya Jumlah kuning telur akan menyebabkan meningkatnya porositas, hal ini terjadi karena jumlah protein yang terdapat didalam slurry sehingga pori yang terbentuk pada saat proses pembakaran akan semakin banyak. Selain itu, dengan bertambahnya temperatur sintering juga menyebabkan semakin berkurangnya porositas yang terjadi pada sampel. Dengan bertambahnya temperatur sintering, laju

densifikasi yang akan semakin meningkat, densifikasi ini mengakibatkan pori yang terbentuk akan tertutup sehingga porositas dari sampel akan berkurang. Seperti yang terlihat pada Gambar 4.10.

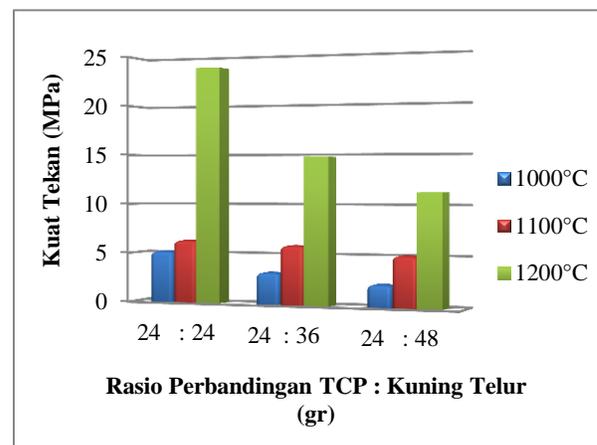


**Gambar 4.7** Grafik hubungan komposisi slurry terhadap densitas ( $\text{g/cm}^3$ ) setelah sintering dengan temperatur sintering 1000, 1100, dan 1200°C

Gambar 4.7 menunjukkan densitas TCP berpori yang dihasilkan ada pada rentang 0.899 - 2.557  $\text{g/cm}^3$ . Dengan meningkatnya jumlah kuning telur yang digunakan akan menurunkan densitas dari sampel. Penurunan densitas tersebut disebabkan karena dengan meningkatnya jumlah kuning telur yang digunakan akan memperbanyak jumlah pori yang terbentuk, pori yang semakin banyak akan menyebabkan massa dari bodies akan semakin ringan dan menyebabkan densitasnya menurun. Selain itu dengan melakukan kenaikan terhadap temperatur, densitas dari sampel akan meningkat, peningkatan ini disebabkan oleh partikel yang semakin kompak dan memadat (densifikasi) pada temperatur tinggi. Pada proses sintering struktur partikel material akan tumbuh (coarsening) dan menyatu membentuk kesatuan massa (densifikasi).

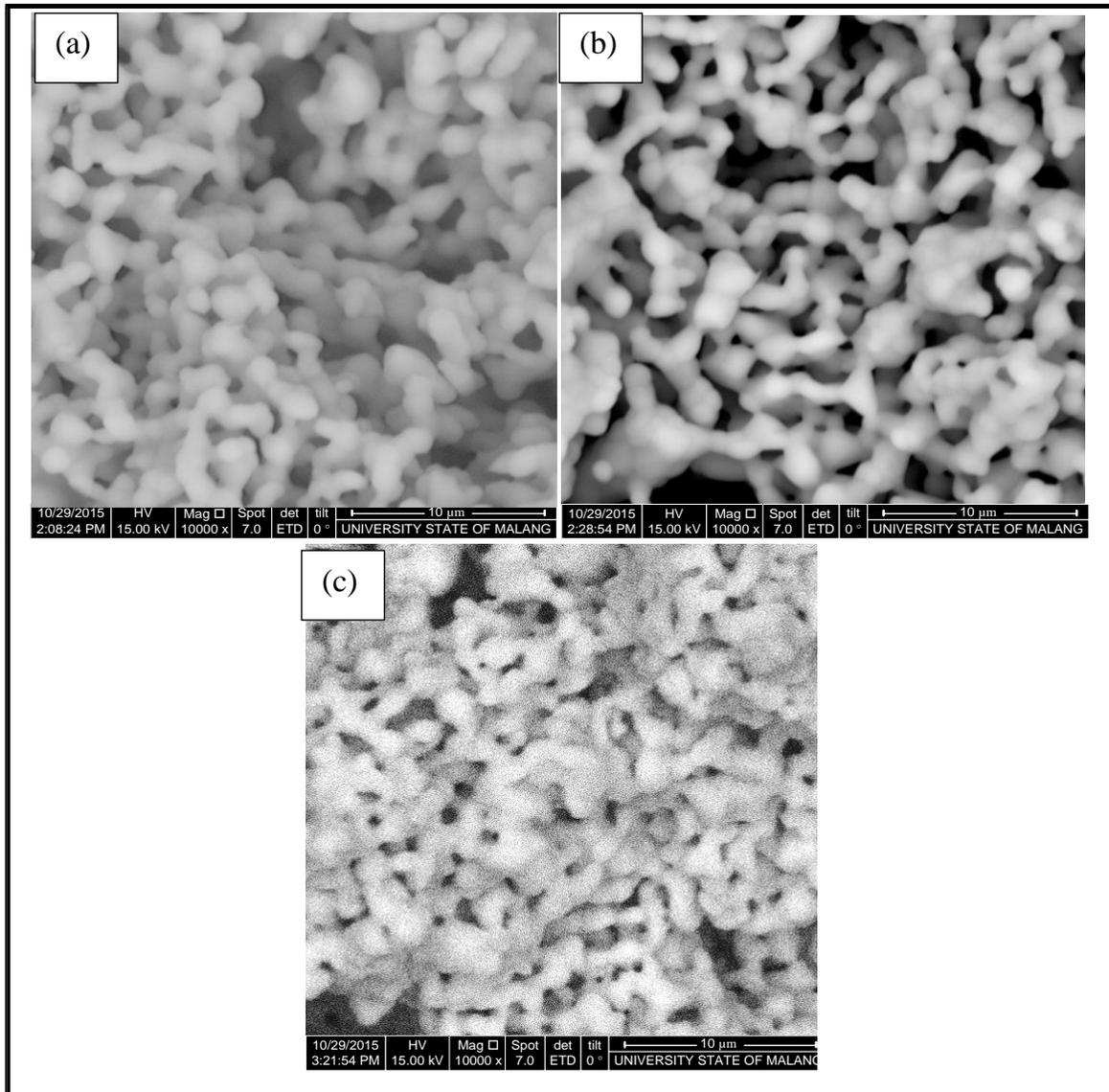
Pada Gambar 4.9 terlihat dengan meningkatnya jumlah kuning telur yang digunakan akan menurunkan kuat tekan dari TCP yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan dengan meningkatnya jumlah kuning telur yang digunakan maka jumlah pori yang terbentuk juga semakin banyak. Dengan

melakukan kenaikan pada temperatur sintering, kuat tekan TCP berpori akan semakin besar. Meningkatnya kuat tekan dari TCP ini dikarenakan dengan semakin tingginya temperatur sintering yang digunakan, struktur partikel TCP akan semakin kompak dan memadat sehingga dihasilkan kuat tekan yang semakin besar. Pada temperatur sintering 1000°C didapatkan kuat tekan sebesar 2.29-5.21 MPa, untuk temperatur sintering 1100°C didapatkan kuat tekan sebesar 5.12-6.33 MPa, dan untuk sampel dengan temperatur sintering 1200°C didapatkan kuat tekan sebesar 11.25-23.78 MPa. Perbedaan yang sangat signifikan terlihat pada sampel yang di sintering pada temperatur 1200°C hal ini dikarenakan pada temperatur 1200°C densifikasi berlangsung dengan cepat sehingga jumlah pori yang tertutup akan semakin banyak dan mengakibatkan sampel menjadi padat dengan porositas yang rendah.



**Gambar 4.9** Grafik hubungan komposisi slurry terhadap kuat tekan (MPa) setelah sintering dengan temperatur sintering 1000, 1100, dan 1200°C

Perbedaan temperatur sintering mempengaruhi Mikrostruktur dari keramik berpori juga akan mengalami perubahan karena adanya kenaikan temperatur sintering. Gambar 4.11 menunjukkan dengan kenaikan temperature sintering,



**Gambar 4.11** Mikrostruktur sampel dengan temperatur sintering (a) 1000°C (b) 1100°C dan (c) 1200°C

jumlah butir partikel yang berikatan satu sama lain akan meningkat. Pada temperatur tinggi, struktur kimia *polycrystalline solid* akan menjadi tidak stabil, sehingga mengakibatkan terjadinya *boundary migration* yang diikuti dengan terjadinya *boundary diffusion* [Kang, 2005]. Hal ini menyebabkan permukaan butir partikel akan menempel dan berikatan satu sama lain. Ikatan antar permukaan butir partikel tersebut akan menyebabkan kuat tekan dari keramik berpori yang dihasilkan

akan meningkat. Seperti yang terlihat pada Gambar 4.9.

#### 4. Kesimpulan

Temperatur *sintering* yang semakin tinggi menyebabkan porositas yang semakin kecil, densitas semakin besar, kuat tekan semakin besar dan jumlah ikatan antar butir partikel yang terbentuk semakin banyak. Jumlah kuning telur yang semakin banyak akan menyebabkan porositas semakin besar, densitas semakin kecil dan kuat tekan semakin kecil. TCP yang diperoleh memiliki

porositas 19.10 - 71.36 % dan densitas 0.899 - 2.557 g/cm<sup>3</sup> dengan kuat tekan pada rentang 2.29-23.78 MPa. TCP berpori pada temperatur *sintering* 1000 dan 1100°C memenuhi standar sebagai *graft* tulang sintetik (*cancellous bone*).

#### Daftar Pustaka

- Carter, D.R. & Hayes, W.C. (1977). The compressive behavior of bone as a two-phase porous structure. *Journal Bone Joint Surgery*. 59 : 954-962.
- Darwis, D. & Warastuti, Y. (2008). *Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) Sebagai Graft Tulang Sintetik*. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi*. 4 : 143-153.
- 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 5 Maret 2015.
- Miranda, Z.I., Siswanto, & Dyah, H. (2013). Sintesis Komposit Kolagen-Hidroksiapatit Sebagai Kandidat Bone-Graft. *Journal of Physic and Application*. 1 : 89-103.
- 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.
- Dobos, P. (2012). *Synthesis of foamed bioceramics for potential medical applications*. Tesis Master. Brno University of Technology.
- 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.
- 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.
- Suchanek, W. & Yoshimura, M. (1998). Processing and properties of hydroxyapatite-based materials for use as hard tissue replacement implants. *Journal of Material Research*. 13:94-117.
- Tamayo, J., Díaz, R., Lazcano-Ponce, E., Muñoz, M., Huitrón, G., Halley, E., Díaz-Montiel, J. C., Mudgal, J., Hernández-Ávila, M. & Salmerón, J. (2009). Reference values for areal bone mineral density among a healthy Mexican population. *Salud Pública de México*, 51: 56 - 83.