

PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI TERHADAP SIFAT MEKANIK MATERIAL *SCAFFOLD* HIDROKSIAPATIT DARI TULANG KAMBING

Setiawan Eka Prawira¹, Joko Triyono¹, Teguh Triyono¹

¹Teknik Mesin – Universitas Sebelas Maret
 e-mail address : prawira_eka@yahoo.co.id

Keywords:

Sheep hydroxyapatite, SHA, Biomaterial, Calcination, SEM, Bone Graft

Abstract :

In this study, a preliminary study on the preparation of hydroxyapatite (HAp) as bone filler was made from sheep femur bone by calcination method. The femur of the sheep is cut into a form of scaffold with dimensions of 5 mm x 5 mm x 5 mm. The calcination process is performed at four variations of temperature (700°C, 900°C, 1100°C, 1300°C). Characterization of scaffold material done before and after calcination process, it intended to find out the influence and relationship between calcination of temperature on the mechanical properties of SHA material. The results of hardness testing show that the higher calcination temperature then the SHA material hardness value also increased. The optimum hardness value occurs at 1100°C calcination temperature of 38.23±0.985VHN. Meanwhile, high calcination temperature will also decrease the compressive strength of SHA material. The value of the optimum compressive strength is achieved at 1100°C calcination temperature of 2.23±0.249 MPa. The morphology of SHA scaffold was analyzed by Scanning Electronic Microscopy (SEM). The observation of SEM shows the occurrence of porous interconnections in all temperature variations. SEM analysis results show that porous interconnect is formed at all temperature variations with diameter size ± 100-500µm. Very high calcination temperature will give the impact of HAp wall is getting thinner and the porous diameter is getting bigger. Porous interconnection damage is also seen at 1300°C which causes the mechanical properties of SHA to decrease.

PENDAHULUAN

Penggunaan *bone graft* atau *bone filler* sebagai bahan pengisi tulang di Indonesia terus meningkat dari tahun ke tahun seiring bertambahnya kasus fraktur yang sebagian besar disebabkan oleh tingginya angka kecelakaan. Dengan adanya *graft* tulang maka tulang yang rusak dapat dilakukan rekonstruksi sebagai solusi dari berbagai kasus fraktur yang terjadi di Indonesia. Metode rekonstruksi tulang yang umum dipakai saat ini adalah dengan cara implan atau cangkok tulang (*bone grafting*). Metode cangkok tulang berdasarkan klasifikasi asal material bone graft dari donornya mencakup metode *allograft* yakni pengganti tulang dari manusia lainnya, *autograft* yakni pengganti tulang dari bagian lain di tubuh pasien, dan *xenograft* yakni pengganti tulang dari hewan [1].

Material *bone graft* tipe *allograft* dan *xenograft* memiliki kelemahan yaitu kecenderungan adanya reaksi imun, penolakan oleh jaringan tubuh, serta kemungkinan penularan penyakit [2]. Teknik

autograft dan *allograft* memerlukan tindakan bedah tambahan yang dapat menyebabkan trauma. Selain itu teknik ini juga dapat memperpanjang waktu bedah dan biaya perawatan [3].

Solusi untuk mengatasi resiko yang ditimbulkan dari beberapa metode rekonstruksi tulang tersebut maka diciptakanlah Hidroksiapatit (HAp). Hidroksiapatit merupakan mineral alami dari senyawa apatit kalsium fosfat yang berupa garam kristal dengan rumus $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. HAp merupakan senyawa kalsium apatit yang paling stabil dibandingkan dengan kalsium fosfat lainnya, yaitu oktakalsium fosfat (OKF), dikalsium fosfat dihidrat (DKFD), dan trikalsium fosfat (TKF) [4].

Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap sifat mekanik dari *scaffold* HAp diharapkan dapat diketahui dalam penelitian ini. Selain itu, hasil penelitian ini juga dapat dijadikan rujukan referensi untuk pengembangan penelitian berikutnya tentang

pembuatan hidroksiapatit berbahan dasar limbah tulang kambing.

METODOLOGI PENELITIAN

Pembuatan Spesimen Scaffold SHA

Langkah awal yang dilakukan dalam penelitian yaitu menyiapkan tulang kambing bagian pangkal paha (femur). Tulang kambing diperoleh dari tempat pemotongan ternak kambing di Jalan Tahu, Kelurahan Gelung, Kecamatan Paron, Kabupaten Ngawi, Provinsi Jawa Timur. Tulang tersebut kemudian dibersihkan dari daging dan lemak yang masih tersisa dan menempel akibat bekas pemotongan. Setelah pembersihan, tulang kemudian direbus selama 2 jam sebanyak 3-5 kali untuk menghilangkan minyak dan bau amis. Tahap selanjutnya yaitu pengeringan tulang dengan cara dijemur di bawah terik matahari. Proses pengeringan ini dilakukan kurang lebih selama 1-3 hari. Setelah tulang benar-benar kering kemudian tulang dipotong dengan mesin gergaji tulang (*bone saw*) dan selanjutnya dilakukan *finishing* dengan *cutter* agar didapatkan bentuk/potongan spesimen berdimensi 5 mm x 5 mm x 5 mm.

Proses Kalsinasi

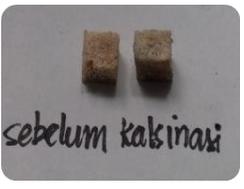
Pada proses kalsinasi *scaffold* tulang kambing telah ditentukan melalui empat variasi suhu, yaitu 700°C, 900°C, 1100°C dan 1300°C. Furnace yang digunakan untuk proses kalsinasi spesimen *scaffold* SHA yaitu Kejia Furnace KJ-1700X. Proses kalsinasi *scaffold* tulang kambing pada tiap-tiap variasi dimulai dari suhu ruangan 27°C, dengan kenaikan temperatur 10°C per menit, waktu penahanan (*holding time*) selama 2 jam, kemudian yang terakhir yaitu proses pendinginan hingga mencapai suhu ruangan 27°C.

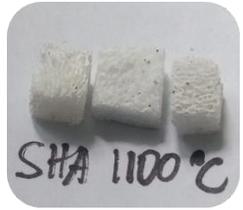
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Perubahan Warna Scaffold SHA

Perubahan warna sampel *scaffold* SHA untuk masing-masing variasi temperatur kalsinasi ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Perubahan warna *scaffold* SHA sebelum dan sesudah kalsinasi

Temperatur	Scaffold SHA	Warna
Sebelum kalsinasi		Putih kecoklatan

700°C		Putih
900°C		Putih
1100°C		Putih terang
1300°C		Putih terang

Dari Tabel 1, terlihat jelas bahwa sampel *scaffold* SHA sebelum dikalsinasi masih berwarna putih kecoklatan. Hal itu menandakan bahwa di dalam tulang tersebut masih terkandung material organik. Setelah dikalsinasi mencapai temperatur variasi 700°C, terjadi perubahan warna yang cukup signifikan. Warna sampel tulang kambing pada variasi temperatur 700°C berubah menjadi putih. Sementara itu, pada temperatur 900°C warna tulang kambing yang dihasilkan tidak jauh berbeda dengan proses kalsinasi tulang kambing pada temperatur 700°C. Proses kalsinasi sampel *scaffold* tulang kambing pada variasi temperatur 900°C juga dihasilkan warna putih. Hal ini terjadi karena selama proses kalsinasi pada variasi temperatur 700°C dan 900°C terjadi penguraian material organik. Itu artinya zat-zat organik yang terkandung di dalam tulang kambing telah hilang ketika temperatur kalsinasi mencapai temperatur 700°C dan 900°C. Analisa ini diperkuat dengan penelitian yang pernah dilakukan Ooi, dkk (2006) [5] yang melaporkan bahwa tulang yang dikalsinasi pada suhu

$\geq 700^{\circ}\text{C}$, warna sampel menjadi putih, menunjukkan hilangnya zat organik pada tulang. Perubahan warna tulang ini diyakini terkait dengan proses terbakarnya dari matriks organik (protein dan kolagen).

Sementara itu warna sampel SHA tulang kambing yang dihasilkan pada kalsinasi variasi temperatur 1100°C adalah putih terang. Hal serupa juga terjadi pada kalsinasi SHA pada 1300°C . Warna sampel *scaffold* tulang kambing yang dihasilkan pada kalsinasi variasi suhu 1300°C juga terlihat putih terang. Warna putih terang ini terjadi karena pada kalsinasi temperatur 1100°C dan 1300°C , sampel SHA mulai terdekomposisi dan mulai berubah ke fase lain. Analisa ini diperkuat dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Niakan, dkk (2015) [6] yang melaporkan bahwa HAp terdekomposisi ke fase lain dari kalsium fosfat seperti tri-kalsium fosfat (TCP) bila dikalsinasi pada suhu lebih dari 1000°C , sehingga suhu kalsinasi memainkan peran penting dalam mengendalikan stabilitas fase HAp dan sifat mekanik. Ooi, dkk (2006) [5] dalam penelitiannya juga menambahkan bahwa hasil yang diperoleh dari analisis FTIR menunjukkan bahwa tulang secara bertahap melepaskan ion OH^- pada suhu kalsinasi diatas 1100°C .

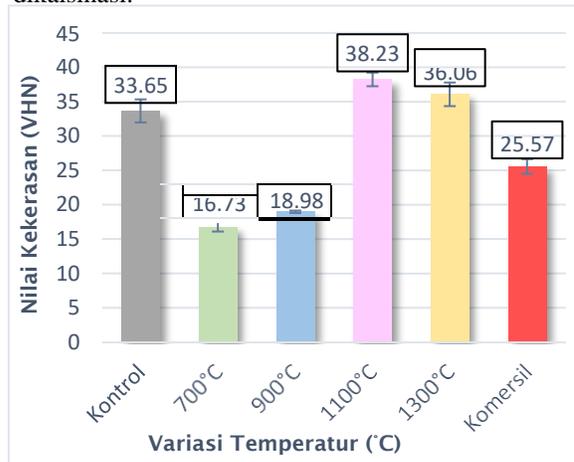
Dari analisa hasil kalsinasi sampel SHA dan penjelasan Ooi, dkk (2006) [5], Niakan (2015) [6] di atas dapat disimpulkan bahwa suhu kalsinasi memainkan peran penting dalam mengendalikan stabilitas fase HA. Perubahan warna yang terjadi pada sampel SHA variasi 700°C dan 900°C dari kuning kecokelatan menjadi putih setelah proses kalsinasi disebabkan oleh adanya penguraian zat organik (protein dan kolagen), sedangkan perubahan warna yang terjadi pada sampel SHA variasi 1100°C dan 1300°C setelah proses kalsinasi menjadi putih agak terang dikarenakan SHA terdekomposisi ke fase tri-kalsium fosfat (TCP).

Analisa Uji Kekerasan (*Vickers Hardness Tester*)

Dari pengujian yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa temperatur kalsinasi memiliki pengaruh terhadap sifat mekanik material *scaffold* SHA. Pengujiannya digunakan alat uji *Vickers Microhardness* berdasarkan ASTM E384-11e1 dengan metode pembebanan 25 gf dan waktu penekanan indenter selama 10 detik. Data yang telah diperoleh selanjutnya disajikan dalam bentuk grafik yang dapat dilihat pada Gambar 1.

Dari grafik pada Gambar 1, secara umum terlihat bahwa nilai kekerasan *scaffold* SHA mengalami peningkatan, mulai dari variasi temperatur kalsinasi 700°C hingga 1300°C . Hasil pengujian sampel *scaffold* SHA pada 700°C memiliki nilai kekerasan terendah yakni $16,73 \pm 0,612\text{VHN}$, sedangkan pada

variasi temperatur kalsinasi 900°C , nilai kekerasan sampel *scaffold* SHA mengalami kenaikan menjadi $18,98 \pm 0,172\text{VHN}$. Nilai kekerasan sampel SHA terus mengalami kenaikan hingga mencapai angka kekerasan optimum yaitu sebesar $38,23 \pm 0,985\text{VHN}$ pada temperatur kalsinasi 1100°C . Fenomena naiknya nilai kekerasan sampel *scaffold* SHA mulai dari variasi temperatur kalsinasi 700°C hingga 1100°C disebabkan oleh terjadinya proses dekarbonasi dan dehidroksilasi material SHA [7]. Hilangnya unsur organik dan berubahnya *scaffold* SHA tulang kambing menjadi fase kristal hidroksiapatit setelah proses kalsinasi inilah yang juga menjadi penyebab nilai kekerasan sampel kontrol lebih rendah dari *scaffold* SHA setelah dikalsinasi.



Gambar 1. Grafik hasil Uji Kekerasan SHA

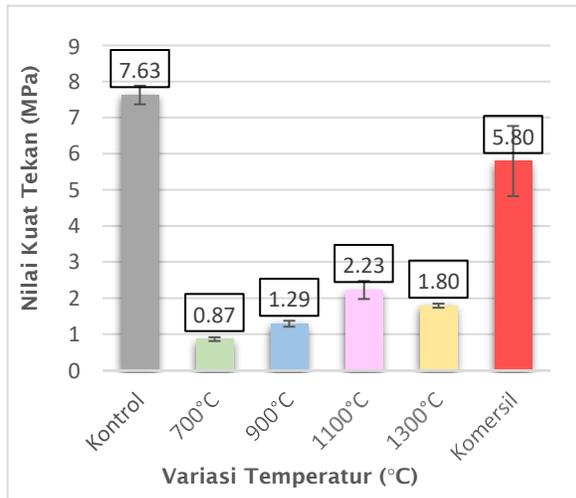
Dari grafik pada Gambar 1 ditunjukkan bahwa nilai kekerasan sampel *scaffold* SHA kontrol hanya $33,65\text{VHN}$. Nilai tersebut lebih rendah dari nilai kekerasan sampel *scaffold* SHA setelah dikalsinasi pada variasi temperatur 1100°C yakni $38,23 \pm 0,985\text{VHN}$, dengan selisih nilai kekerasannya sebesar $4,58\text{VHN}$. Sementara itu, nilai kekerasan *scaffold* SHA pada variasi suhu kalsinasi 1100°C lebih tinggi dibandingkan nilai kekerasan HAp komersil. Hal itu karena HAp komersil dihasilkan dengan mengkalsinasi tulang sapi pada suhu 900°C , sedangkan pada penelitian ini nilai kekerasan HAp tulang kambing pada suhu 900°C sebesar $18,98 \pm 0,172\text{VHN}$. Selisihnya terpaut $6,59\text{VHN}$ lebih rendah dibanding nilai kekerasan HAp komersil, yakni sebesar $25,57 \pm 1,069\text{VHN}$.

Berbeda pada variasi temperatur 1100°C , pengujian kekerasan sampel *scaffold* SHA pada variasi temperatur 1300°C , sampel *scaffold* SHA cenderung mengalami penurunan nilai kekerasan yakni $36,06 \pm 1,716\text{VHN}$. Penurunan nilai kekerasan

ini bisa terjadi karena temperatur 1300°C terlalu tinggi jika dipakai untuk proses kalsinasi *scaffold* HAp kambing yang bertujuan untuk menghasilkan HAp murni. Akibatnya, beberapa butir dari senyawa HAp menjadi rusak dan mulai membentuk fase lain yaitu tricalcium phosphate (TCP). Rusaknya kandungan HAp pada suhu kalsinasi di atas 1100°C juga pernah dilaporkan pada penelitian sebelumnya, yakni tentang sintesis HAp berbahan dasar tulang mandibula cumi sotong [8]. Dalam penelitian tersebut, *scaffold* HAp dibuat dalam bentuk serbuk dengan metode *ball mill* kemudian dikalsinasi pada variasi suhu 900°C, 1000°C, dan 1100°C. Dari pengujian FTIR dan pengamatan SEM dijelaskan bahwa unsur Ca dan PO₄-3 pada temperatur kalsinasi 1100°C berbentuk semi kristal atau amorphous berupa gumpalan atau agglomerate, sehingga temperatur 1100°C tidak cocok untuk kalsinasi yang bertujuan untuk menghasilkan HAp murni.

Analisa Uji Kuat Tekan

Temperatur kalsinasi memiliki pengaruh terhadap nilai kekuatan tekan material *scaffold* SHA. Hal itu dibuktikan dengan pengujian kuat tekan yang telah dilakukan menggunakan *Universal Testing Machine (JTM Technology Machine, 0.5 T Capacity)* berdasar pada ASTM F-451-95 dengan pembebanan load sebesar 100 kg dan dengan kecepatan penekanan 5 mm/menit. Data hasil pengujian kuat tekan beberapa sampel *scaffold* SHA dari beberapa variasi temperatur kalsinasi ditunjukkan pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Grafik hasil uji tekan *scaffold* SHA

Pada grafik ditunjukkan bahwa *scaffold* SHA tulang kambing untuk variasi temperatur 700°C memiliki nilai kuat tekan paling rendah yakni 0,87±0,053MPa, pada temperatur kalsinasi 900°C

nilai kekuatannya meningkat menjadi 1,29±0,081MPa. Nilai kekuatan tekan yang optimum pada uji tekan sampel SHA ini diperoleh pada variasi temperatur kalsinasi 1100°C sebesar 2,23±0,249MPa. Peningkatan nilai kekuatan tekan SHA yang signifikan dari temperatur kalsinasi 700°C-1100°C ini terjadi karena *scaffold* SHA tulang kambing sudah mulai terbentuk HAp murni. Selain mulai terbentuknya hidroksiapatit murni, naiknya nilai kuat tekan tersebut juga dikarenakan adanya peningkatan kristalinitas ketika tulang kambing dikalsinasi pada temperatur 700°C hingga 1100°C. Fenomena peningkatan kristalinitas HAp juga pernah dijumpai pada penelitian Ooi (2007) [5] yang melaporkan adanya peningkatan kristalinitas hidroksiapatit pada sampel BHA ketika temperatur kalsinasinya mencapai 600°C hingga 1000°C.

Pada Gambar 2 juga ditunjukkan bahwa nilai kekuatan tekan SHA tulang kambing mengalami penurunan setelah dikalsinasi di atas temperatur 1100°C. Nilai kuat tekan SHA kambing pada temperatur 1300°C adalah 1,80±0,058MPa. Selisih penurunan nilai kuat tekannya sebesar 0,43MPa. Hal ini terjadi karena *scaffold* SHA semakin porous. Semakin tinggi temperatur yang digunakan untuk kalsinasi SHA maka porous interkoneksi yang terjadi pada sampel *scaffold* tulang kambing juga semakin besar. Besarnya porous inilah yang menyebabkan kekuatan tekan dari sampel *scaffold* tulang kambing menurun pada suhu temperatur 1300°C. Menurut penelitian Solechan (2014) [8] temperatur kalsinasi yang tinggi mengakibatkan *scaffold* semakin rapuh dan porous, disamping itu kekuatan ikatan antar partikel semakin lemah. Lemahnya ikatan partikel mengakibatkan *scaffold* sangat getas, dan kekuatan tekan rendah.

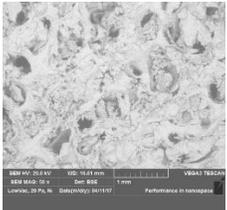
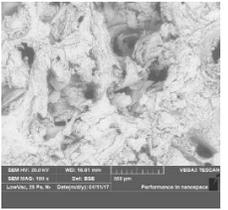
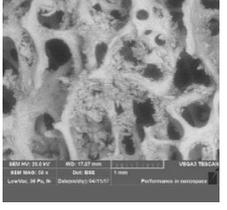
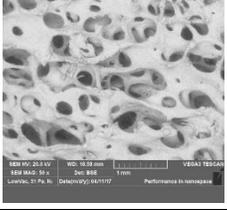
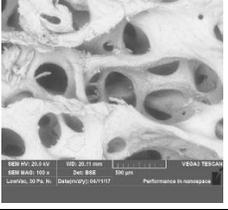
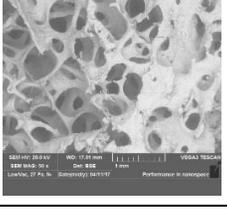
Berdasarkan data hasil uji kuat tekan ini dapat disimpulkan bahwa secara garis besar, sifat kuat tekan *scaffold* SHA berbahan dasar material tulang kambing sangat dipengaruhi oleh temperatur kalsinasi yang digunakan. Temperatur kalsinasi yang tinggi akan menurunkan sifat kuat tekan dari *scaffold* SHA tulang kambing. Hal tersebut dibuktikan dengan pengujian kuat tekan dan terlihat bahwa nilai kuat tekan *scaffold* SHA sebelum dikalsinasi (SHA kontrol) sebesar 7,63±0,062MPa mengalami penurunan nilai kekuatan tekan setelah dikalsinasi pada beberapa variasi temperatur yang tinggi (700°C, 900°C, 1100°C, 1300°C). Turunnya nilai kuat tekan tersebut karena berkurangnya pengikat organik dan semakin porous (Tontowi dkk., 2012) [9]. Kesimpulan tersebut diperkuat juga oleh penelitian Solechan (2014)[8] yang menyatakan bahwa temperatur kalsinasi yang tinggi mengakibatkan *scaffold* semakin rapuh dan porous, disamping itu kekuatan ikatan antar partikel

semakin lemah. Lemahnya ikatan partikel mengakibatkan *scaffold* sangat getas, dan kekuatan tekan rendah.

Pengamatan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pada tabel 2 ditunjukkan gambar hasil SEM dari sampel *scaffold* SHA untuk variasi suhu kalsinasi 700°C, 900°C, 1100°C dan 1300°C.

Tabel 2. Hasil foto SEM *scaffold* SHA

Suhu (°C)	Perbesaran 50x	Perbesaran 100x
700		
900		
1100		
1300		

Dari Tabel 2, *scaffold* pada suhu kalsinasi 700°C terlihat adanya porous namun diameter interkoneksinya tidak begitu jelas sehingga pengamatan ukuran porous interkoneksi untuk sampel 700°C tidak dapat dilakukan di kedua perbesaran foto. Sementara itu dinding HAP pada *scaffold* SHA temperatur 700°C sudah mulai muncul dan dapat dilakukan pengamatan. Berbeda dengan suhu 700°C, diameter porous interkoneksi pada variasi suhu 900°C mulai dapat teramati dengan jelas dengan ukuran diameter porousnya ±100-200µm pada perbesaran 100x. Dinding HAP juga terlihat jelas pada variasi temperatur 900°C. Proses kalsinasi ini

menghilangkan material organik dan menyisakan material anorganik yaitu hidroksiapatit. Pada temperatur 1100°C, porous interkoneksinya sempurna dan teramati dengan jelas pada perbesaran 100x dengan ukuran diameter porous ±100-400µm. Sementara itu SHA pada variasi temperatur 1300°C, porous interkoneksi cenderung membesar dan mulai mengalami kerusakan. Pada tabel 2 ditunjukkan adanya beberapa patahan porous interkoneksi yang menandakan bahwa kalsinasi pada temperatur 1300°C mengakibatkan kerusakan porous interkoneksi dari *scaffold* SHA kambing. Porous interkoneksi yang mengalami kerusakan tersebut berdiameter ±200-500µm. Sementara itu, dinding HAP pada variasi 1300°C juga nampak semakin tipis jika dibandingkan dengan dinding HAP pada variasi 1100°C. Ukuran porous SHA yang semakin membesar dan dinding HAP yang semakin tipis inilah yang menyebabkan *scaffold* SHA menjadi lebih rapuh, sehingga menurunkan nilai kuat tekan *scaffold* SHA.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengujian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Temperatur kalsinasi semakin tinggi akan meningkatkan nilai kekerasan material *scaffold* SHA. Dari hasil uji *Vickers Microhardness* terhadap material *scaffold* SHA, nilai kekerasan tertinggi dicapai pada variasi temperatur 1100°C sebesar 38,23±0,985VHN.
2. Material *scaffold* SHA tulang kambing mengalami penurunan nilai kuat tekan setelah dikalsinasi pada temperatur 700°C, 900°C, 1100°C dan 1300°C. Dari ke empat variasi temperatur kalsinasi, nilai kuat tekan material SHA tertinggi dicapai pada temperatur kalsinasi 1100°C dengan nilai kuat tekan sebesar 2,23±0,249MPa.
3. Pengamatan SEM material *scaffold* SHA pada temperatur kalsinasi 700°C, 900°C, 1100°C dan 1300°C menunjukkan adanya porous interkoneksi dengan ukuran diameter ±100-500µm. Temperatur kalsinasi yang tinggi mengakibatkan dinding hidroksiapatit (HAP) pada material *scaffold* SHA menjadi semakin tipis dan diameter porous interkoneksi menjadi semakin besar sehingga menurunkan sifat mekanik dari material *scaffold* SHA.

DAFTAR PUSTAKA

[1] K. Dahlan, S. U. Dewi, A. Nurlaila, and D. Soejoko, "Synthesis and Characterization of Calcium Phosphate/Chitosan Composites," vol.

12, 2012.

- [2] L. Bacáková and E. Filová, "Osteogenic Cells on Bio-Inspired Materials for Bone Tissue Engineering Osteogenic Cells on Bio-Inspired Materials for Bone Tissue Engineering," *Physiol. Res.*, vol. 59, pp. 309–388, 2009.
- [3] S. Jebahi and al. *et*, "Biologic Response to Carbonated Hydroxyapatite Associated with Orthopedic Device: Experimental Study in A Rabbit Model," *Korean J. Pathol.*, vol. 46, no. 1, pp. 48–54, 2012.
- [4] S. Gnanasundaram, S. Pal, C. Rose, and T. Sastry, "A Novel Bio-Inorganic Bone Implant Containing Deglued Bone, Chitosan and Gelatin," *Bulletin of materials science* vol. 24, pp. 415–420, 2001.
- [5] C. Y. Ooi, M. Hamdi, and S. Ramesh, "Properties of Hydroxyapatite Produced by Annealing of Bovine Bone," *Ceram. Int.*, vol. 33, pp. 1171–1177, 2007.
- [6] A. Niakan, "Synthesis and Sintering of Hydroxyapatite Derived From Eggshells As A Calcium Precursor," *Ceram. Int.*, no. February 2016, 2014.
- [7] T. J. Levingstone, "Optimisation of Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coatings Optimisation of Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coatings," Dublin City University, Ireland, 2008.
- [8] Solechan, "Pembuatan Material Sintesis Nano Hydroxyapatite Untuk Aplikasi *Scaffolds* Tulang Mandibula Dari Tulang Cumi Sotong Menggunakan Metode Kalsinasi," vol. 5, no. 1, pp. 1–12, 2015.
- [9] A. E. Tontowi, P. Dewo, E. T. Wahyuni, and J. Triyono, "Scaffold dari Bovine Hydroxyapatite dengan Polyvynialcohol Coating," *Teknosains*, vol. 1, no. 2, pp. 71–143, 2012.