

Optimasi Parameter Waktu Sintering Pada Pembuatan Hidroksiapatit Berpori Untuk Aplikasi *Bone Filler* Pada Kasus Kanker Tulang (*Osteosarcoma*)

Dica Aprilia Nurmanta¹, Djoni Izak R¹, Jan Ady¹

¹Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga

Abstrak

Penelitian ini dilakukan untuk mengoptimalkan penelitian sebelumnya dengan cara menambahkan variasi waktu sintering. Hal ini untuk mengetahui pengaruh variasi lama sintering terhadap sifat fisis dan sifat mekanik hidroksiapatit berpori secara optimal. Pembuatan hidroksiapatit berpori ini dilakukan dengan metode perendaman busa yaitu dengan mencampurkan 1 ml aquades dan 0,125 gr PVA kemudian menambahkan 1 gr bubuk hidroksiapatit hingga terbentuk *slurry*. Busa yang berukuran 1cmx1cmx1cm selanjutnya direndam dengan hidroksiapatit *slurry*. Busa pada penelitian ini digunakan sebagai kerangka pembentukan hidroksiapatit berpori. Selanjutnya sampel dikeringkan pada temperatur 80°C dan dipanaskan pada temperatur 650° C untuk menghilangkan busa dan PVA. Tahap selanjutnya adalah proses sintering sampel pada temperatur 1200° C dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam. Berdasarkan analisa morfologi SEM, uji porositas, dan uji *compressive strength*, hasil terbaik ditunjukkan oleh sampel yang disintering 3 jam karena memiliki diameter pori sebesar 113 – 429 µm dengan porositas 74,830 %, nilai *compressive strength* 0,5591 MPa dan tidak toksik. Hasil terbaik tersebut kurang memenuhi standard aplikasi *bone filler*. Perbaikan pada peneliti selanjutnya perlu dilakukan dengan cara mengganti busa dengan PMMA dan menambahkan zat aditif ZnO untuk meningkatkan proses densifikasi sepanjang penguatan batas butir sehingga dihasilkan *bone filler* dengan sifat mekanik yang memenuhi standard aplikasi.

kata kunci : *hidroksiapatit berpori, metode perendaman busa, sintering, diameter pori, porositas, compressive strength, tidak toksik*

Pendahuluan

Saat ini kasus kerusakan tulang meningkat setiap tahunnya. Kasus kerusakan tulang ini diakibatkan beberapa faktor, misalnya kecelakaan, cacat tulang bawaan dan kanker tulang^[1]. Menurut badan kesehatan dunia (World Health Organization) setiap tahun jumlah penderita kanker $\pm 6,25$ juta orang. Di Indonesia diperkirakan terdapat 100 penderita kanker diantaranya 100.000 penduduk pertahun^[2].

Perkembangan teknologi dalam dunia medis saat ini telah memberikan solusi yang menarik perhatian dalam penanganan yang tepat pada kerusakan tulang yaitu dengan regenerasi atau penumbuhan kembali jaringan yang sakit atau rusak. Menurut Errol, kasus kerusakan tulang yang disebabkan oleh kanker tulang dapat diatasi dengan metode pembedahan diantaranya adalah *Limb Salvation* yaitu dengan cara amputasi dan *Limb Salvage* yaitu memotong bagian tulang yang terkena kanker kemudian disambung dengan kaki pendonor organ^[1]. Saat ini telah dikembangkan berbagai material yang digunakan untuk rekonstruksi tulang, salah satu diantaranya adalah *bone filler*. Adapun bahan pembuatan *bone filler* adalah berupa hidroksiapatit. Kelebihan dari hidroksiapatit ini diantaranya memiliki kemiripan struktur dengan tulang, mempunyai sifat bioaktif, biokompatibilitas yang tinggi, dan osteokondusif^[3].

Pada penelitian sebelumnya (Wida, 2012) telah dilakukan pembuatan hidroksiapatit makropori dengan menggunakan bahan *hydroxyapatite powder* yang berukuran nano. Adapun suhu sintering yang digunakan adalah 1000°C dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam, dan 6 jam. Dari hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa sifat mekanik hidroksiapatit makropori mengalami peningkatan seiring dengan penambahan waktu sintering^[4].

Peningkatan kekuatan pada hidroksiapatit berpori juga dapat dilakukan dengan penambahan suhu sintering dan lama waktu sintering. Proses sintering atau pembakaran terakhir dapat juga disebut sebagai pemadatan dari bahan yang dibentuk pada temperature tinggi. Selama proses sintering terjadi pengurangan

ukuran pori-pori dan disertai penumbuhan butir, sehingga terjadi ikatan yang kuat antara masing-masing butir. Sintering dilakukan di bawah titik leleh, sehingga fasa cair biasanya tidak terjadi. Penambahan waktu sintering akan membuat material menjadi lebih padat.

Pada penelitian ini, pemilihan suhu sintering didasarkan pada titik lebur hidroksiapatit yaitu sekitar 80% dari 1570°C. Adapun pengoptimalan dengan menambahkan variasi lama waktu sintering bertujuan untuk mendapatkan hidroksiapatit berpori dengan ukuran diameter pori dan porositas yang efektif untuk pertumbuhan tulang baru serta meningkatkan sifat mekanik *compressive strength* yang sesuai dengan standart aplikasi medis.

Metode Penelitian

Alat Dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya gelas ukur, gelas *beaker*, pipet hisap, spatula, jangka sorong, neraca digital, *furnace*, *autograph*, *Scanning Electron Microscopy (SEM) – Energy Dispersive X-Ray (EDX)*, FT-IR dan *Elisa Reader*.

Bahan pembuatan hidroksiapatit berpori ini meliputi *hidroxyapatite powder*, busa *polyurethane*, *Polyvinyl Alcohol (PVA)*, aquades.

Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini meliputi penyiapan alat dan bahan, pembuatan sampel hidroksiapatit berpori dan karakterisasi terhadap sampel hidroksiapatit berpori.

Tahap Persiapan

Pada penelitian ini, yang pertama kali dilakukan adalah persiapan alat dan bahan yang digunakan untuk pembuatan hidroksiapatit berpori. Alat yang diperlukan dalam penelitian ini diantaranya *spatula* yang digunakan untuk mencampurkan (mengaduk) bubuk hidroksiapatit, PVA dan aquades dengan menggunakan gelas ukur sebagai tempat untuk percampurannya, pipet tetes untuk mengambil aquades, neraca digital untuk menimbang bubuk hidroksiapatit, jangka sorong untuk mengukur panjang, tebal dan tinggi dari

sampel hidroksiapatit berpori, *furnace* digunakan untuk proses sintering.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi serbuk hidroksiapatit berukuran 20 nm, busa *polyurethane*, *Polyvinyl Alcohol* (PVA), aquades.

Tahap Pembuatan Sampel

Pembuatan sampel hidroksiapatit berpori dilakukan dengan menggunakan metode perendaman busa. Pada pembuatan sampel ini diawali dengan menambahkan larutan *polyvinyl alcohol* (PVA) 5 wt% ke dalam aquades 1 ml. Penambahan PVA ini dapat digunakan sebagai bahan pengikat hidroksiapatit pada busa.

Bubuk hidroksiapatit 40wt% dicampur sedikit demi sedikit dengan larutan PVA dan aquades sehingga terbentuk hidroksiapatit *slurry*. Tahapan selanjutnya yaitu proses perendaman dan pengeringan. Busa *polyurethane* dipotong berbentuk kubus dengan ukuran kurang lebih 1cmx1cmx1cm direndam dengan hidroksiapatit *slurry* dan dikeringkan ke dalam *furnace* selama 2 jam. Kemudian suhu dinaikkan menjadi 650 selama 1 jam untuk menghilangkan busa dan PVA. Adapun sintering yang dilakukan dengan menggunakan suhu 1200°C dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam.

Tabel 1. Variasi lama waktu sintering pada sampel hidroksiapatit berpori

Sampel	Lama Waktu Sintering
I	1 jam
II	2 jam
III	3 jam
IV	4 jam

Karakterisasi Sampel

Karakterisasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui pengaruh suhu sintering dan variasi lama waktu sintering terhadap porositas, nilai Ca:P, kuat tekan, dan efek toksik suatu sampel hidroksiapatit berpori.

Uji Porositas

Pengujian porositas sampel hidroksiapatit berpori dilakukan untuk mengetahui besarnya porositas yang terdapat dalam benda uji. Semakin banyak porositas yang terdapat pada benda uji maka semakin rendah

kekuatannya. Porositas dari benda uji dapat diperoleh dengan persamaan sebagai berikut,

$$\text{Porositas (\%)} = \frac{m_b - m_k}{V_b} \times \frac{1}{\rho_{air}} \times 100 \% \quad (1)$$

Uji Kekuatan Tekan (*Compressive Strength*)

Pengujian *compressive strength* dilakukan menggunakan alat *autograph* yaitu dengan menekan sampel hingga terjadi *failure* (patah). Sampel ditempatkan pada tempat spesimen alat uji tekan, kemudian sampel ditekan dengan alat penekan sehingga penekan dapat menekan permukaan sampel sampai hancur. Besarnya beban (F) yang digunakan untuk menekan sampel hingga hancur dapat dilihat pada alat. Dari data yang telah diperoleh kemudian dimasukkan dalam persamaan sebagai berikut.

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (2)$$

Uji Sitoksisitas (MTT Assay)

MTT *Assay* merupakan salah satu uji sitoksisitas yang bertujuan untuk mengetahui efek toksik suatu sampel terhadap kultur sel sehingga dapat digunakan sebagai bahan biomaterial yang memenuhi standart aplikasi medis. Adapun uji MTT *Assay* ini ditandai dengan semakin pekat warna biru ungunya maka semakin tinggi nilai absorpsinya sehingga banyak menghasilkan jumlah sel hidup. Prosentase jumlah sel hidup untuk uji MTT ini dapat dihitung dengan persamaan berikut,

$$\% \text{ sel hidup} = \frac{\text{OD perlakuan} + \text{OD kontrol media}}{\text{OD kontrol sel} + \text{OD kontrol media}} \times 100 \% \quad (3)$$

Analisa FT-IR

Analisa FT-IR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari suatu bahan, menentukan kualitas, dan menentukan jumlah komponen dalam campuran. Adapun analisa FT-IR ini dilakukan di Laboratorium Metalurgi ITS.

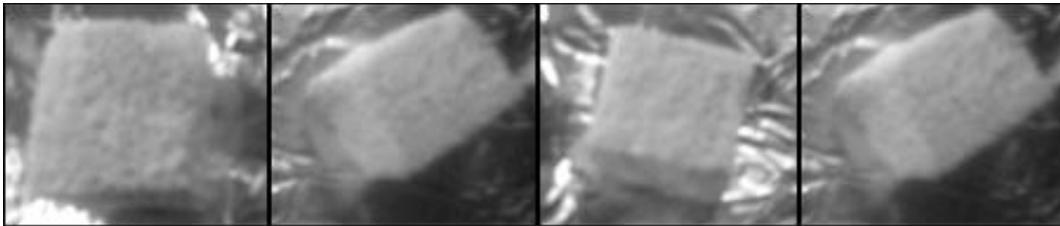
Analisa SEM-EDX

Analisis SEM dilakukan dengan menggunakan alat SEM – EDX tipe INSPECT S50, pengujian ini dilakukan untuk mengetahui struktur permukaan dan nilai Ca:P pada sampel hidroksiapatit berpori. Analisa SEM–EDX

dilakukan di Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang.

Hasil Dan Pembahasan

Pada pembahasan ini akan disajikan hasil pengumpulan data dari sampel hidroksiapatit berpori yang dibuat dengan menggunakan metode perendaman busa dengan variasi perlakuan pada lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam. Adapun sampel hidroksiapatit yang dihasilkan pada penelitian ini adalah sebagai berikut,

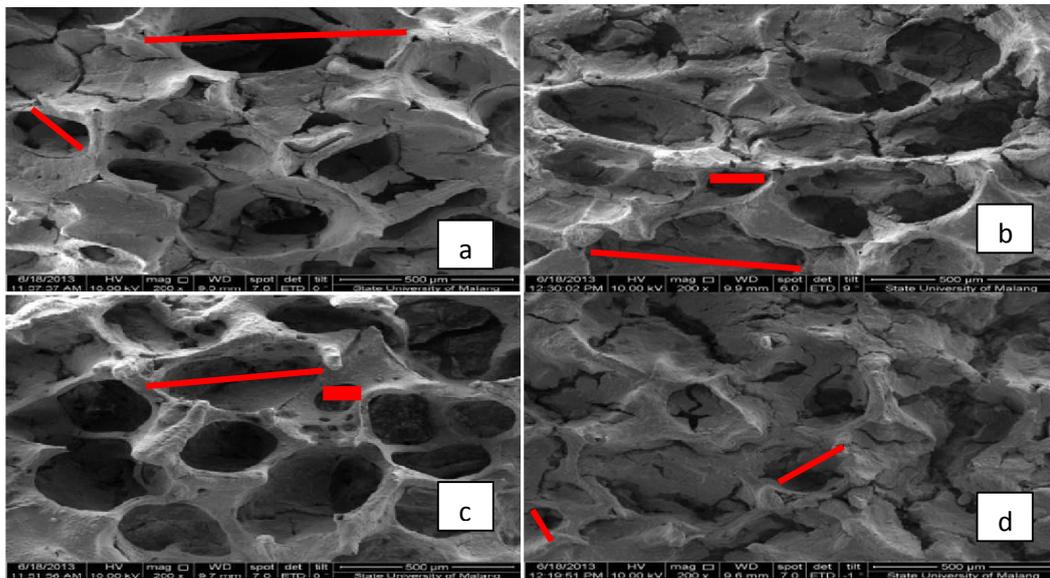


Gambar 1. Sampel hidroksiapatit berpori yang dihasilkan dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam

Keempat sampel yang telah dibuat dengan lama waktu sintering yang berbeda selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan uji SEM – EDX, uji porositas, uji *compressive strength*, uji FT-IR, dan uji *MTT assay*. Adapun hasil dari pengujian keempat sampel hidroksiapatit berpori adalah sebagai berikut.

Hasil Uji SEM-EDX

Pengujian SEM ini dilakukan untuk mengetahui struktur permukaan dan diameter pori dari sampel. Hasil pengujian SEM menunjukkan struktur permukaan dari sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam yang ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil foto sem pada sampel Hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering (a) 1 jam, (b) 2 jam, (c) 3 jam, dan (d) 4 jam

Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa lama waktu sintering berpengaruh pada ukuran diameter pori dari sampel hidroksiapatit berpori. Adapun ukuran pori ditunjukkan oleh warna gelap dan hidroksiapatit ditunjukkan oleh warna terang. Ukuran diameter pori sampel hidroksiapatit berpori dapat diukur menggunakan garis skala yang terdapat pada gambar hasil dari pengujian SEM. Garis berwarna merah diatas menunjukkan *range* ukuran pori pada sampel hidroksiapatit berpori. Setelah dilakukan pengukuran diameter pori pada keempat sampel, maka didapatkan ukuran diameter pori yang berbeda-beda pada masing-masing sampel hidroksiapatit berpori. Pengaruh dari variasi lama waktu sintering terhadap ukuran diameter pori pada sampel hidroksiapatit berpori ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengukuran diameter pori dari sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam.

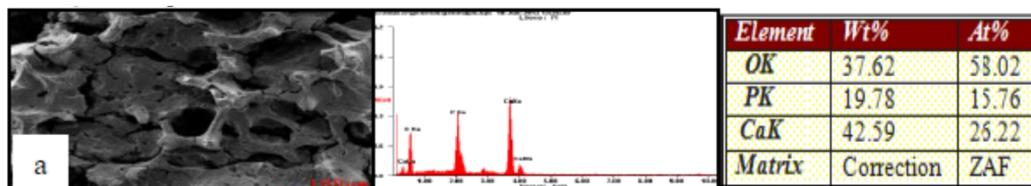
Parameter	Lama Sintering			
	Sampel I 1 jam	Sampel II 2 jam	Sampel III 3 jam	Sampel IV 4 jam
Diameter Pori	249 – 761 μm	139 – 482 μm	113 – 429 μm	91 – 259 μm

Tabel 2 menunjukkan bahwa ukuran diameter pori pada sampel hidroksiapatit berpori menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering.

Hal ini terjadi karena selama proses sintering berlangsung terjadi penumbuhan butir atau partikel sehingga terjadi ikatan yang kuat antara masing-masing butir dan menyebabkan material menjadi lebih padat. Semakin lama waktu pada proses sintering maka ukuran pori-pori akan menjadi lebih kecil.

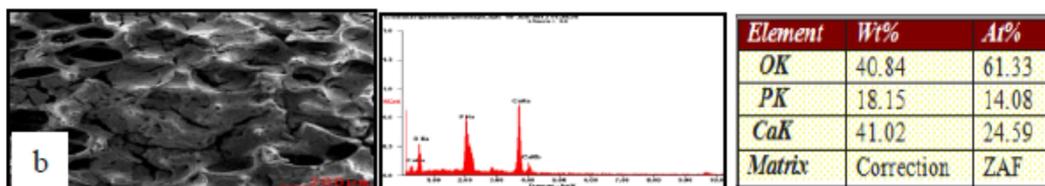
Pada pengujian SEM ini didapatkan hasil ukuran diameter pori pada masing-masing sampel terhadap kenaikan lama waktu sintering. Kualitas diameter pori yang paling bagus didapatkan pada sampel III yang disintering selama 3 jam dengan diameter pori yaitu 113 – 429 μm . Hasil tersebut memenuhi ukuran diameter pori *bone filler* yang efektif untuk pertumbuhan sel tulang, yaitu 100 – 400 μm .

Hasil pengujian selanjutnya yaitu EDX. Analisa ini menunjukkan unsur-unsur atau mineral yang terkandung di dalam sampel yang berupa grafik hubungan antara energi (KeV) pada sumbu horizontal dengan cacahan pada sumbu vertikal yang ditunjukkan pada Gambar 3a, Gambar 3b, Gambar 3c, dan Gambar 3d.



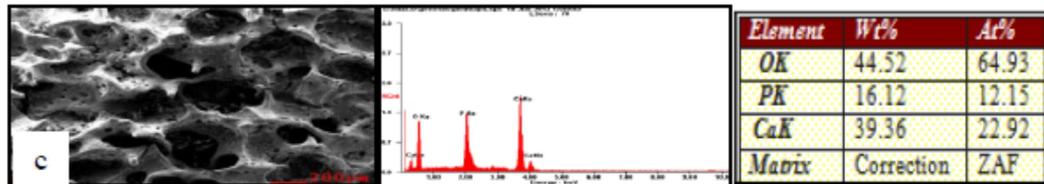
Gambar 3a. Hasil pengujian EDX pada variasi lama waktu sintering 1 jam

Hasil pengujian EDX pada Gambar 3a di atas dapat diketahui bahwa hidroksiapatit terdiri dari beberapa unsur kimia. Beberapa yang dominan yaitu Ca (Calcium) sebesar 42,59 Wt% dan P (Phospor) sebesar 19,78 Wt%. Unsur lain yang terdapat pada hidroksiapatit ini adalah O (Oksigen) sebesar 37,62 Wt%. Pada Gambar 3a di atas maka didapatkan perbandingan Ca:P sebesar 1,66. Hal tersebut mendekati standard rasio ideal Ca:P yaitu 1,67.



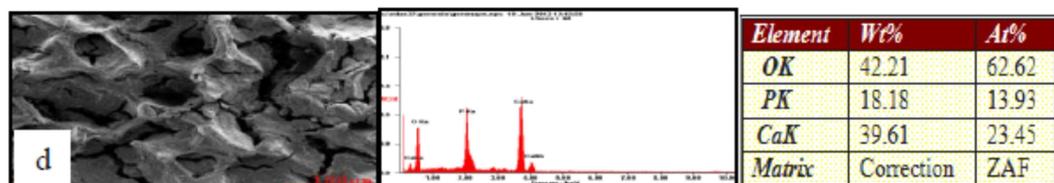
Gambar 3b. Hasil pengujian EDX pada variasi lama waktu sintering 2 jam

Gambar 3b di atas menunjukkan prosentase unsur-unsur kimia yang terkandung di dalam hidroksiapatit berpori. Beberapa yang dominan yaitu Ca (Calcium) sebesar 41,02 Wt% dan P (Phospor) sebesar 18,15 Wt%. Unsur lain yang terkandung dalam hidroksiapatit adalah O (Oksigen) sebesar 40,84 Wt%. Pada Gambar 3b di atas maka didapatkan perbandingan Ca:P sebesar 1,74.



Gambar 3c. Hasil pengujian EDX pada variasi lama waktu sintering 3 jam

Hasil pengujian EDX yang didapat dari Gambar 3c menunjukkan adanya unsur-unsur kimia yang terkandung di dalam hidroksiapatit. Beberapa unsur penyusun hidroksiapatit yang dominan yaitu Ca (Calcium) sebesar 39,36 Wt% dan P (Phospor) sebesar 16,12 Wt%. Lalu unsur yang lain adalah O (Oksigen) sebesar 44,52 Wt%. Pada Gambar 3c di atas didapatkan perbandingan Ca:P sebesar 1,88.



Gambar 3d. Hasil pengujian EDX pada variasi lama waktu sintering 4 jam

Dari hasil pengujian EDX pada Gambar 3d di atas dapat diketahui bahwa hidroksiapatit terdiri dari beberapa unsur kimia diantaranya yang dominan yaitu Ca (Calcium) sebesar 39,61 Wt% dan P (Phospor) sebesar 18,18 Wt%. Unsur lain yang terdapat pada hidroksiapatit ini adalah O (Oksigen) sebesar 42,21 Wt%. Pada Gambar 3d di atas maka didapatkan perbandingan Ca:P sebesar 1,68.

Tabel 3. Hasil Pengujian EDX pada Sampel Hidroksiapatit Berpori

Parameter	Lama Sintering			
	Sampel I 1 jam	Sampel II 2 jam	Sampel III 3 jam	Sampel IV 4 jam
Rasio Ca:P	1,66	1,74	1,88	1,68

Berdasarkan hasil uji EDX yang ditunjukkan pada Tabel 3 diatas didapatkan kuantitas terbaik diberikan pada sampel I dengan rasio Ca:P sebesar 1,66. Hal tersebut mendekati standard rasio ideal Ca:P sebesar 1,67. Adapun hasil uji EDX di atas standard rasio ideal disebabkan karena selama proses sintering dimungkinkan terbentuknya fasa atau senyawa lain selain hidroksiapatit. Munculnya fasa yang lain diprediksi menyebabkan ketidakstabilan stoikiometri dalam senyawa hidroksiapatit sehingga rasio molar Ca:P yang dihasilkan lebih dari 1,67.

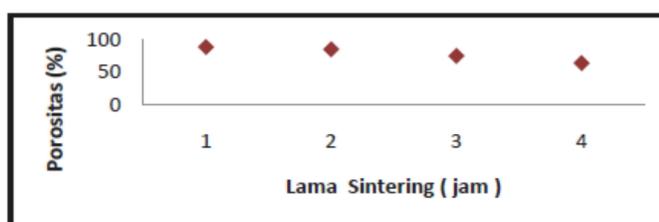
Hasil Uji Porositas

Pegujian porositas ini dilakukan untuk menghitung persen volume kosong pada sampel berdasarkan Persamaan 2.1. Lama waktu sintering juga berpengaruh pada porositas dari sampel hidroksiapatit berpori. Adapun hasil dari pengujian porositas sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam ini ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil pengujian porositas dari sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam

Parameter	Lama Sintering			
	Sampel I 1 jam	Sampel II 2 jam	Sampel III 3 jam	Sampel IV 4 jam
Porositas (%)	88,442	84,890	74,830	63,906

Berdasarkan Tabel 4 tersebut menunjukkan bahwa porositas pada sampel hidroksiapatit berpori yang dihasilkan berbeda-beda dengan lama waktu sintering yang juga berbeda. Porositas akan menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Adapun pengaruh variasi lama waktu sintering terhadap porositas sampel hidroksiapatit berpori ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Grafik hubungan antara variasi lama waktu sintering dengan porositas (%) sampel Hidroksiapatit berpori

Berdasarkan grafik pada Gambar 4 di atas menunjukkan bahwa sampel hidroksiapatit berpori mempunyai porositas yang menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Proses sintering sangat mempengaruhi porositas, dimana selama proses sintering berlangsung 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 hidroksiapatit berpori tersebut juga akan meningkat dengan sendirinya. Adapun kualitas pori yang baik ditunjukkan pada sampel III sebesar 74,83% karena mendekati standart porositas yang efektif yaitu $\pm 70\%$ (Keaveny, 2004).

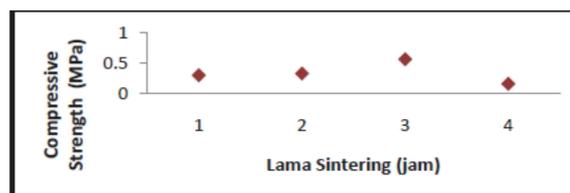
Hasil Uji Kekuatan Tekan (*compressive strength*)

Pengujian kuat tekan (*compressive strength*) ini dilakukan untuk mengetahui seberapa kuat sampel dalam menahan suatu beban. Lama waktu sintering akan berpengaruh terhadap kuat tekan (*compressive strength*) dari sampel hidroksiapatit berpori. Hasil dari pengujian *compressive strength* sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam ini dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil pengujian *compressive strength* dari sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam

Parameter	Lama Sintering			
	Sampel I 1 jam	Sampel II 2 jam	Sampel III 3 jam	Sampel IV 4 jam
<i>Compressive Strength (MPa)</i>	0,2943	0,3234	0,5591	0,1526

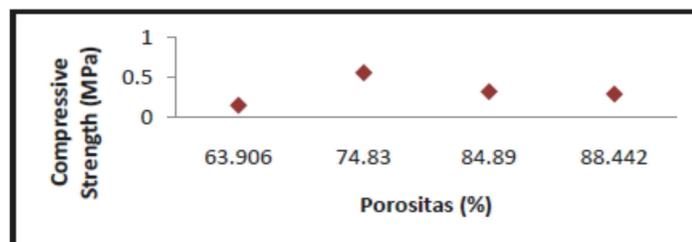
Berdasarkan tabel diatas dapat dibuat grafik hubungan antara pengaruh darivariasi lama waktu sintering terhadap sifat mekanik *compressive strength* sampel hidroksiapatit berpori seperti pada Gambar 5.



Gambar 5. Grafik hubungan antara variasi lama waktu sintering dengan *compressive strength* (MPa) sampel Hidroksiapatit berpori

Berdasarkan pada Gambar 5 di atas dapat diketahui bahwa lama waktu sintering mempengaruhi sifat mekanik sampel dimana nilai *compressive strength* sampel akan meningkat sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Sampel III mempunyai batas optimal penggabungan antar partikel. Pada sampel IV memberikan nilai *compressive strength* yang paling kecil, karena sampel IV proses difusi yang terjadi tidak optimal sehingga sampel akan mengalami kerapuhan atau melemahkan sifat mekanik *compressive strength*.

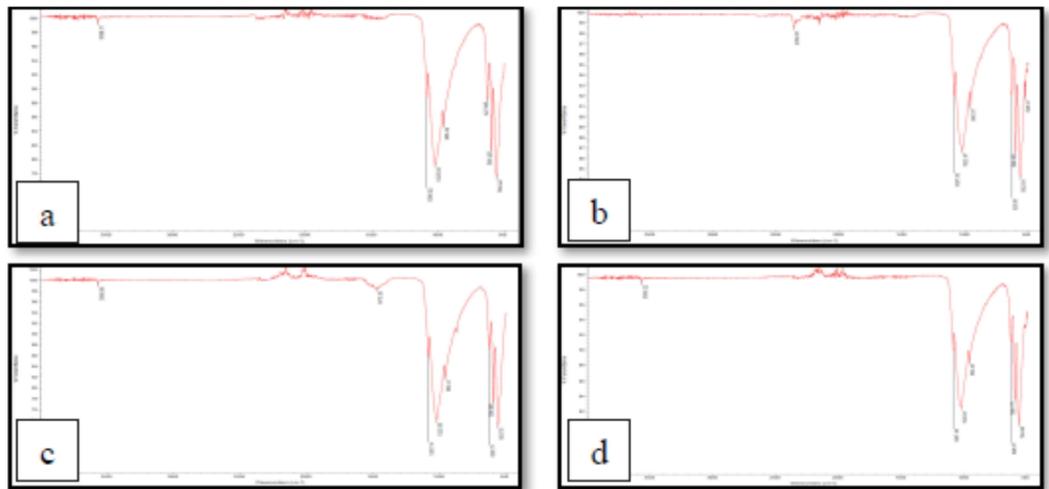
Porositas juga berpengaruh terhadap nilai *compressive strength*, dimana semakin tinggi tingkat porositas sampel, maka semakin rendah nilai *compressive strength*nya yang dinyatakan sampel akan semakin rapuh. Pengaruh besarnya porositas terhadap nilai *compressive strength* sampel hidroksiapatit berpori ditunjukkan oleh grafik pada Gambar 6.



Gambar 6. Grafik hubungan antara porositas (%) dengan *compressive strength* (MPa) sampel Hidroksiapatit berpori

Hasil Uji FT-IR

Pengujian FTIR ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat di dalam sampel hidroksiapatit berpori. Adapun hasil yang diperoleh dari uji FTIR ini berupa spektrum yang menggambarkan besarnya nilai % transmittan dan bilangan gelombang untuk sampel hidroksiapatit berpori. Hasil pengujian FTIR dari keempat sampel hidroksiapatit berpori dengan lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam ditunjukkan pada Gambar 7a, Gambar 7b, Gambar 7c, dan Gambar 7d.



Gambar 7. Hasil uji FT-IR pada sampel Hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering (a) 1 jam, (b) 2 jam, (c) 3 jam, dan (d) 4 jam

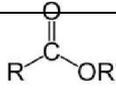
Pada proses pembuatan, *Polyvinyl Alcohol* (PVA) dan busa *polyurethane* digunakan bersamaan dengan hidroksiapatit berpori sampai tercampur semua dan masuk ke dalam pori-pori pada busa *polyurethane* yang digunakan sebagai kerangka dalam pembuatan hidroksiapatit berpori. Sisa-sisa dari PVA dan busa *polyurethane* akan semakin berkurang sesuai dengan meningkatnya lama waktu sintering. Proses sintering ini dilakukan selain berfungsi sebagai terjadinya proses difusi pada partikel-partikel material, proses sintering ini juga berfungsi sebagai tahap akhir untuk menghilangkan bahan-bahan sisa yang sudah tidak diperlukan.

Analisis spektrum FTIR ini digunakan untuk mengetahui keberadaan dari sisa PVA dan *polyurethane*. Jika pada sampel masih terdapat PVA dan *polyurethane*, maka pada spektrum FTIR akan muncul puncak-puncak (peak) dari gugus PVA dan *polyurethane* yang tercantum pada Tabel 6 dan Tabel 7.

Tabel 6. Bilangan Gelombang Gugus Fungsi PVA (*polyvinyl alcohol*)

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
C-C	1450 – 1600
C-H	2800 – 3000
O-H	3000 – 3700

Tabel 7. Bilangan Gelombang Gugus Fungsi Busa *Polyurethane*

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
O-H	3000 – 3700
C-H	2800 – 3000
	1735 – 1750
	1300 – 1420
C-C	1450 – 1600
C-O	900 – 1300
	840 – 790

Berdasarkan pada Tabel 6 dan 7 di atas dapat diketahui keberadaan gugus fungsi dari PVA dan *polyurethane* dari spektrum FTIR hasil pengujian sampel pada Gambar 7a, Gambar 7b, Gambar 7c, dan Gambar 7d. Dalam spektrum FTIR tersebut hanya terdapat gugus-gugus fungsi milik hidroksiapatit yaitu hidroksil (OH) dan fosfat (PO₄³⁻) sehingga dapat dikatakan ke empat sampel hidroksiapatit yang terbentuk ini tidak mengandung PVA dan busa *polyurethane*. Pita serapan dari gugus fungsi yang terdapat pada keempat sampel hidroksiapatit berpori tersebut ditunjukkan pada Tabel 8.

Tabel 8. Bilangan gelombang dari gugus fungsi yang terdapat pada keempat sampel hidroksiapatit berpori

Sampel	Bilangan Gelombang Gugus Fungsi	
	OH	PO ₄ ³⁻
Sampel I	3568,51 cm ⁻¹	1023,04 cm ⁻¹
Sampel II	3568,36 cm ⁻¹	1022,97 cm ⁻¹
Sampel III	3568,59 cm ⁻¹	1087,14 cm ⁻¹
Sampel IV	3568,22 cm ⁻¹	1024,41 cm ⁻¹

Hasil Uji MTT Assay

Keempat sampel hidroksiapatit berpori pada proses pembuatannya menggunakan PVA (*polyvinyl alcohol*) dan *polyurethane*. Pada pengujian FTIR terbukti bahwa sampel hidroksiapatit tidak mengandung PVA dan *polyurethane* sehingga perlu dilakukan uji MTT assay untuk membuktikan bahwa keempat sampel hidroksiapatit tersebut tidak bersifat toksik.

Hasil pengujian MTT assay yang berupa prosentase sel hidup dari sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam ditunjukkan pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil pengujian MTT *assay* sampel hidroksiapatit berpori dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam

Parameter	Lama Sintering			
	Sampel I 1 jam	Sampel II 2 jam	Sampel II 3 jam	Sampel II 4 jam
% Sel hidup (OD)	67,705 %	68,051 %	70,889 %	92,222 %

Berdasarkan Tabel 9 di atas didapatkan hasil perhitungan nilai densitas optik dari setiap sampel yang diuji dengan menggunakan MTT *assay*. Nilai dari densitas optik (OD) setara dengan banyaknya sel hidup. Makin tinggi nilai OD maka sel yang hidup semakin banyak.

Pengujian MTT *assay* yang didasarkan pada Tabel 9 yang diperoleh dari *Elisa Reader* menyatakan bahwa keempat sampel hidroksiapatit berpori tersebut tidak bersifat toksik pada sel. Hal ini ditunjukkan oleh prosentase sel yang hidup masih diatas 60 %. Keempat sampel hidroksiapatit berpori tersebut tidak bersifat toksik karena selama proses sinteringnya, PVA dan *polyurethane* sudah dihilangkan sehingga yang tertinggal hanya hidroksiapatit. Hal tersebut dikuatkan oleh pengujian FTIR pada keempat sampel hidroksiapatit berpori, dimana pada spektrum FTIR keempat sampel hanya terdapat gugus-gugus fungsi hidroksil dan fosfat (OH dan PO₄³⁻) atau dengan kata lain tidak ada gugus-gugus fungsi milik PVA dan *polyvinyl alcohol*.

Hasil pengujian FTIR memperlihatkan bahwa PVA dan busa telah berhasil dihilangkan melalui proses pemanasan 650° C selama 1 jam dan sintering 1200° C dengan variasi lama waktu sintering 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 4 jam. Hasil pengujian MTT *assay* juga memperlihatkan bahwa sampel hidroksiapatit berpori yang disintesis menggunakan metode perendaman busa tidak memberikan efek toksik karena PVA dan busa telah hilang.

Dari beberapa hasil uji yang telah dilakukan pada keempat sampel hidroksiapatit berpori, diperoleh karakteristik terbaik yaitu pada sampel III yang disintering pada temperatur 1200°C dengan variasi lama waktu sintering 3 jam.

Pada sampel tersebut ukuran diameter pori yang dihasilkan adalah

sebesar 113 –429 μm , porositas 74,830 % dan nilai *compressive strength* 0,5591 MPa. Pada sampel tersebut juga tidak ditemukan adanya sisa PVA dan busa. Pengujian MTT *assay* menunjukkan bahwa sampel tersebut tidak memberikan efek toksik karena persen sel hidup yang diperoleh dari pengujian sampel tersebut adalah sebesar 70,889 %. Hidroksiapatit berpori dapat digunakan sebagai aplikasi *bone filler* jika memenuhi syarat antara lain ukuran pori 100-400 μm (Swain, 2009), porositas $\pm 70\%$ (Keaveny, 2004), memiliki *compressive strength* 7,5 – 41 MPa (Keaveny, 2004) dan tidak bersifat toksik dengan prosentase sel hidup di atas 60%. Dari beberapa pengujian yang telah dilakukan, sampel III memiliki sifat terbaik jika dibandingkan dengan ketiga sampel lainnya. Meskipun hasil uji MTT *assay* menunjukkan bahwa sampel III tidak toksik dan porositas yang memenuhi syarat sebagai *bone filler*, namun belum dapat diaplikasikan sebagai *bone filler* karena memiliki ukuran diameter pori dan nilai *compressive strength*nya kurang memenuhi syarat sebagai *bone filler*.

Sampel hidroksiapatit berpori yang dihasilkan pada penelitian selanjutnya dapat memperbaiki dari penelitian ini dengan cara melakukan penggantian busa *polyurethane* menjadi PMMA. PMMA mempunyai ukuran butir yang homogen jika dibandingkan dengan busa sehingga jika digunakan sebagai kerangka, ukuran pori yang dihasilkan juga lebih homogen dan didapatkan *bone filler* dengan karakter yang lebih baik. Selain itu perlu menambahkan zat aditif ZnO untuk meningkatkan densifikasi (pemadatan) sepanjang penguatan batas butir sehingga dihasilkan *bone filler* dengan sifat mekanik yang memenuhi standard aplikasi.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian dan analisis data yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa

1. Variasi lama waktu sintering yang diberikan pada penelitian ini berpengaruh pada ukuran pori, porositas, sifat mekanik *compressive strength*, dan pergeseran puncak (*peak shift*) pada hasil uji FTIR sampel hidroksiapatit berpori. Semakin lama waktu sintering yang digunakan, maka ukuran pori dan porositas sampel akan menurun. Semakin lama waktu sinteringnya akan membuat nilai *compressive strength* sampel meningkat. Pada sampel III merupakan batas optimal sampel hidroksiapatit dalam menahan suatu beban.
2. Hasil terbaik ditunjukkan oleh sampel III yang disintering selama 3 jam. Namun hasil terbaik tersebut kurang memenuhi standard aplikasi *bone filler* karena ukuran diameter pori yang efektif untuk pertumbuhan sel tulang 100-400 μm , *compressive strength* 7,5 – 41 MPa, dan porositas $\pm 70\%$.

Ucapan Terima Kasih

Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terimakasih kepada Drs. Djoni Izak R., M.Si sebagai pembimbing I dan Jan Ady, S.Si, M.Si sebagai pembimbing II atas masukan dan bimbingannya serta teman – teman HIMAFI angkatan 2009 dan semua pihak yang telah membantu sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.

Daftar Simbol

A = Surface area, m^2

m_k = dry mass, g

m_b = fresh mass, m

V_b = Volume, m^3

F = Force, N

Greek Letters

σ = Surface tension, N.m^{-1}

Daftar Pustaka

1. Ananto, S., 2008, *Analisis Mikrostruktur, Sifat Mekanik dan Sifat Kimia Logam SS-904L*, Skripsi Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
2. Arifianto, 2006, *Pengaruh Atmosfer dan Suhu Sintering terhadap Komposisi Pelet Hidroksiapatit yang Dibuat dari Sintesa Kimia dengan Media Air dan SBF*, Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
3. Asti, M., 2004, *Cytotoxicity of the cyanoacrylate restoration material with variation of powder and liquid ratio by using MTT Assay*, Skripsi Bidang Ilmu Material dan Teknologi Kedokteran Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Airlangga, Surabaya.
4. Callister, W. D., 2001, *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, John Wiley and Sons, Inc, New York.
5. Descamps, M., *et al.*, 2007, *Manufacture of macroporous β - Tricalcium Phosphate Bioceramics*, Laboratoire des Matériaux et Procédés (LMP), Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, EA 2443, ZI du champ de l'Abbesse, 59600 Maubeuge, France.
6. Descamps, M., *et al.*, 2008, *Synthesis of Macroporous β - Tricalcium Phosphate with Controlled Porous Architectural*, Laboratoire des Matériaux et Procédés (LMP), Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, EA 2443, ZI du champ de l'Abbesse, 59600 Maubeuge, France.
7. Harjana, T., 2011, *Histologi*, Jurusan Pendidikan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.
8. Heimann, R. B., 2001, *Modern Bioceramic Materials : Design, Testing, and Clinical Application*, Department of Mineralogy Freiberg University of Mining and Technology Brennhausgasse 14, 09596 Freiberg, Germany.
9. Kalita, S., *et al.*, 2006, *Fabrication of 3-D Porous Mg/Zn doped*

Tricalcium Phosphate Bone-Scaffolds via the Fused Deposition Modelling, Department of Mechanical, Materials and Aerospace Engineering, University of Central Florida, Orlando, Florida.

10. Keaveny, T. M., 2004, *Standard Handbook of Biomedical Engineering and Design*, McGraw Hill.
11. Li, S., *et al.*, 2003, *Macroporous Biphasic Calcium Phosphate Scaffold with High Permeability / Porosity Ratio*, IISO NV, Bilthoven, The Netherlands.
12. Park, J., *et al.*, 2007, *Biomaterials an Introduction, 3rd Edition*, Springer, New York.
13. Phillips, G. O., 2005, *Clinical Application of Bone Allografts and Substitutes Biology and Clinical Application*, World Scientific, London.
14. Rachadini, N., 2007, *Uji Sitotoksitas Ekstrak Serbuk Kayu Siwak (Salvadora persica) pada Kultur Sel dengan Menggunakan Esei MTT*. Skripsi Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Airlangga, Surabaya.
15. Ratner, B. D., *et al.*, 2004, *Biomaterial Science, Second Edition*, Elsevier Scademic Press, San Diego.
16. Swain, S. K., 2009, *Processing of Porous Hydroxyapatite Scaffold*, Thesis Department of Ceramic Engineering, National Institute of Technology, Rourkela.
17. Wida, Dinar Tri M., 2012, *Sintesis dan Karakteristik Hidroksiapatit Makropori untuk Aplikasi Bone Filler*, Skripsi Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.