

# **SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT MAKROPORI UNTUK APLIKASI BONE FILLER**

Wida Dinar Tri Meylani, Djoni Izak R., Siswanto

Program Studi Teknobiomedik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga

Email : wida\_dinar@yahoo.com

## **Abstract**

In this study, macroporous hydroxyapatite has been done by foam immersion method. Materials used in this study include hydroxyapatite, PVA and foams. Synthesis carried out by immersing the foam in the slurry which mixture of 40 wt% hydroxyapatite and PVA solution (50 wt%). Sample is dried and heated at 650 ° C to remove PVA and foam. The next stage is the process of sintering the sample at 1000 ° C with variation in sintering duration about 4 hours, 5 hours and 6 hours. Based on SEM test, porosity test, and compressive strength test, the best results shown by the samples with 6 hours of sintering because it has a pore diameter of 184-571 µm with a porosity of 87.565%, compressive strength value of  $7.1395 \times 10^{-3}$  MPa and not give toxic effects.

Key words: *macroporous hydroxyapatite, foam immersion method, sintering, pore diameter, porosity, compressive strength, non toxic.*

### **Abstrak**

Telah dilakukan sintesis hidroksiapatit makropori dengan metode perendaman busa. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi hidroksiapatit, PVA dan busa. Sintesis dilakukan dengan cara merendam busa dalam *slurry* yang merupakan campuran 40 wt% hidroksiapatit dan larutan PVA (50 wt%). Selanjutnya sampel dikeringkan dan dipanaskan pada temperatur 650° C untuk menghilangkan busa dan PVA. Tahap selanjutnya adalah proses sintering sampel pada temperatur 1000° C dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam dan 6 jam. Berdasarkan uji SEM, uji porositas, dan uji *compressive strength*, hasil terbaik ditunjukkan oleh sampel yang disintering 6 jam karena memiliki diameter pori sebesar 184 – 571 µm dengan porositas 87,565 %, nilai *compressive strength*  $7,1395 \times 10^{-3}$  MPa dan tidak toksik.

Kata kunci : *hidroksiapatit makropori, metode perendaman busa, sintering, diameter pori, porositas, compressive strength, tidak toksik.*

## PENDAHULUAN

Transplantasi sangat terbatas oleh ketersediaan organ dan masalah kompatibilitas imun. Perkembangan yang menarik perhatian saat ini adalah regenerasi atau penumbuhan kembali jaringan yang sakit atau rusak. Teknik jaringan mengacu pada penumbuhan jaringan baru menggunakan sel hidup yang dikendalikan oleh struktur substrat dari material sintesis (Park *et al*, 2007). *Bone filler* telah banyak digunakan dalam rekonstruksi tulang akibat kecelakaan, tumor jinak, tumor ganas dan cacat tulang bawaan. Rongga tulang yang rusak diisi dengan *bone filler* sehingga memungkinkan tumbuhnya sel tulang yang baru. *Bone filler* akan menghilang saat sel tulang yang baru telah tumbuh (Phillips, 2005).

Dalam rangka untuk mendorong pertumbuhan sel tulang di dalam *bone filler* sangat diperlukan kontrol karakteristik fisik porositas (Descamps *et al*, 2008). Parameter penting untuk *bone filler* antara lain porositas, ukuran diameter pori, serta interkoneksi pori. Saat ukuran pori hidroksiapatit melebihi 100  $\mu\text{m}$ , tulang akan tumbuh di dalam pori yang saling terkoneksi dan mempertahankan vaskularitas (Ratner, 2004). Pada tulang, porositas *bone filler* yang dibutuhkan  $\pm 70\%$  (Keaveny, 2004) dengan ukuran pori minimum untuk pertumbuhan sel tulang adalah sebesar 100  $\mu\text{m}$  (Swain, 2009). Ukuran pori yang paling cocok atau efektif untuk pertumbuhan sel tulang adalah pada kisaran ukuran 100 – 400  $\mu\text{m}$  (Swain, 2009).

Hidroksiapatit adalah salah satu biokeramik yang digunakan sebagai bahan pembuatan *bone filler*. *Bone filler* dari hidroksiapatit dapat ditempati oleh jaringan tulang karena hidroksiapatit memiliki kemiripan dengan komposisi tulang. Hidroksiapatit memiliki biokompatibilitas yang tinggi dengan jaringan hidup disekelilingnya serta bersifat osteokonduktif yaitu dapat merangsang pertumbuhan tulang (Descamp *et al*, 2008). Swain (2009) menggunakan metode perendaman busa polimer untuk mensintesis hidroksiapatit makropori. Hidroksiapatit dibuat dalam bentuk *slurry* dengan cara dicampurkan dalam larutan PVA (*Polyvinyl Alcohol*) kemudian busa direndam dalam *slurry* tersebut. Setelah sampel dikeringkan, pembakaran sampel di dalam *furnace* dilakukan untuk menghilangkan busa dan PVA kemudian dilanjutkan ke tahap akhir yaitu tahap sintering. Pada penelitian tersebut hidroksiapatit makropori yang dihasilkan memiliki ukuran diameter pori 400 – 500  $\mu\text{m}$  dan terdapat interkoneksi. Kelemahan dari penelitian ini adalah ukuran pori yang dihasilkan kurang sesuai untuk pertumbuhan tulang karena ukuran pori yang efektif untuk pertumbuhan tulang adalah 100-400  $\mu\text{m}$ .

Selama proses pembakaran material atau proses sintering, terjadi suatu penyusutan dimana porositas menurun dan terjadi peningkatan integritas mekanik. Perubahan ini terjadi akibat penggabungan butiran-butiran atau partikel sehingga material menjadi lebih padat (Callister, 2001). Semakin lama waktu yang diberikan pada proses

sintering, maka porositas dari material tersebut semakin menurun (Smith, 1990). Selama proses sintering tersebut berlangsung, semakin lama waktu sinteringnya maka ukuran pori-pori akan menjadi lebih kecil (Callister, 2001).

Pada penelitian ini, telah dilakukan sintesis hidroksiapatit makropori menggunakan metode perendaman busa dimana pada proses sintesisnya digunakan busa sebagai media atau agen pembuat pori. Penelitian Swain (2009) memiliki kelemahan yaitu pori-pori yang dihasilkan sebesar 400-500  $\mu\text{m}$  kurang efektif untuk pertumbuhan tulang karena ukuran pori yang efektif adalah sebesar 100-400  $\mu\text{m}$ . Variasi pada lama waktu proses sintering pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui perubahan yang terjadi pada ukuran pori dan porositas hidroksiapatit makropori sebagai akibat dari perbedaan lama waktu sintering. Selain itu dengan mengetahui lama waktu sintering yang tepat maka akan dapat dihasilkan hidroksiapatit makropori yang memiliki porositas dan diameter pori yang efektif untuk pertumbuhan sel tulang.

## **METODE PENELITIAN**

Penelitian tentang “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Makropori untuk Aplikasi Bone Filler” ini dilakukan dalam dua tahap pelaksanaan yaitu tahap pembuatan sampel dan tahap pengujian sampel. Tahap pembuatan sampel meliputi proses pembuatan *slurry*, perendaman busa *Polyurethane*, pengeringan, penghilangan busa dan PVA serta proses sintering.

Pembuatan sampel hidroksiapatit makropori dilakukan dengan menggunakan metode perendaman busa. Pada pembuatan sampel tersebut dilakukan variasi pada lama waktu sintering dengan temperatur sintering yang tetap yaitu 1000° C. Tahap-tahap pembuatan sampel hidroksiapatit makropori adalah sebagai berikut.

Hidroksiapatit *slurry* dibuat dengan mencampurkan 40 wt% serbuk hidroksiapatit dengan larutan *Polyvinyl Alcohol* (PVA) 5 wt%. Busa yang terbuat dari *polyurethane* dipotong berbentuk kubus dengan ukuran kurang lebih 1x1x1 cm. Busa yang telah dipotong kemudian direndam dalam *slurry*. Sampel kemudian dikeringkan dalam *furnace* selama 2 jam pada temperatur 80° C kemudian temperatur ditingkatkan menjadi 650° C selama 1 jam untuk menghilangkan busa serta PVA. Tahap terakhir adalah sintering sampel I, II dan III pada temperatur 1000° C dengan variasi lama waktu masing-masing sampel adalah 4 jam, 5 jam dan 6 jam.

Tahap pengujian ketiga sampel hidroksiapatit makropori meliputi pengujian porositas, pengujian SEM, pengujian *compressive strength*, pengujian FTIR dan pengujian MTT *assay* sebagai berikut.

### **Pengujian FTIR**

Pengujian FTIR dilakukan Laboratorium Polimer dan Membran Teknik Kimia UBAYA. Sejumlah sampel digerus bersama KBr dengan perbandingan 1:20 (w/w). Komposisi sampel dan KBr masing-masing adalah 0,025 gr dan 0,5. Digunakan KBr karena sel tempat cuplikan dari

sampel harus terbuat dari bahan-bahan yang tembus terhadap sinar infra merah, seperti NaCl dan KBr. Campuran kemudian di press dengan menggunakan alat pengepres pada tekanan 10 torr sehingga menjadi pellet yang padat, pellet ini yang kemudian dianalisa dengan menggunakan alat spektrokopi FTIR tipe Bruker Tensor 27.

### **Pengujian SEM**

Sampel diuji menggunakan SEM tipe INSPECT S50 dan dilakukan di Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang. Sampel yang akan dipotret disiapkan terlebih dahulu. Sampel direkatkan dengan karbon pada tempat (*stub*) yang terbuat dari logam dan dilapisi *palladium*. Lalu sampel dimasukkan dalam ruang spesimen dan disinari dengan pancaran elektron (20 kV). Elektron yang dipantulkan lalu dideteksi dengan detektor sintilator yang diperkuat dengan suatu rangkaian listrik yang dapat mengakibatkan timbulnya gambar layar CRT (*Catode Ray Tube*). Lalu dilakukan pemotretan setelah memilih bagian tertentu dari objek dengan pembesaran yang diinginkan sehingga diperoleh foto yang baik dan jelas. bagian bawah halaman.

### **Pengujian Porositas**

Porositas hidroksiapatit makropori dihitung dengan menghitung persen volume ruang kosong yang terdapat pada sampel. Sebelum ditimbang massanya, sampel dihitung volumenya kemudian sampel dalam keadaan kering ditimbang massanya. Selanjutnya sampel dimasukkan dalam gelas beaker yang berisi air. Massa sampel setelah direndam kemudian ditimbang. Porositas dari sampel dihitung berdasarkan persamaan berikut.

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

Dimana,

$m_b$  = massa basah dari benda uji (gram)

$m_k$  = massa kering dari benda uji (gram)

$V_b$  = volume benda uji ( $\text{cm}^3$ )

$\rho_{air}$  = massa jenis air ( $1 \text{ gr/cm}^3$ )

### **Pengujian *Compressive Strength***

Pengujian *compressive strength* dilakukan di Laboratorium Korosi dan Kegagalan Material Jurusan Material Metalurgi ITS. Sisi sampel diukur dengan menggunakan jangka sorong (panjang p, lebar l). 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.

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

Dimana F merupakan gaya tekan sampel dalam satuan Newton (N) dan A merupakan luas penampang sampel yang dikenai gaya tekan.

### **Pengujian MTT assay**

Pengujian MTT *assay* yang dilaksanakan di Pusat Veterinaria Farma dilakukan dalam beberapa tahap antara lain persiapan kultur sel fibroblas, pengerjaan sampel dan tahap pengujian sampel. Tahap persiapan kultur sel fibroblas akan dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut. Persiapan dilakukan dalam laminar flow. Kultur sel BHK-21 dalam bentuk monolayer dengan media *Eagle's* dan FBS 10% ditanam dalam botol kultur *Roux* kemudian diinkubasi pada suhu 37° C selama 48 jam menggunakan inkubator. Kultur sel lalu dicuci dengan PBS sebanyak 5 kali yang bertujuan untuk membuang sisa serum yang tersisa. Kemudian ditambahkan *trypsin versene* untuk melepaskan sel dari dinding botol dan memisahkan ikatan antar sel agar tidak menggerombol. Sel dengan kepadatan  $2 \times 10^5$  dimasukkan dalam 100  $\mu$ L media *Eagle's* (media *eagle's* 86%, *penstrep* 1%, *fungizone* 100 unit/mL) kedalam mikropate 96-sumur sesuai dengan jumlah sampel dan kontrol.

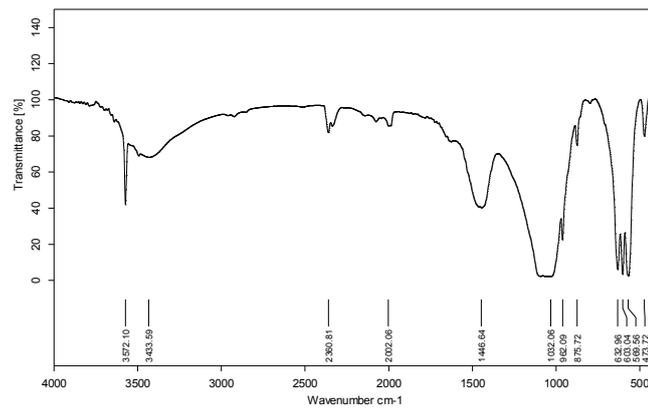
Tahap kedua adalah pengerjaan sampel yang akan dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut. Sampel disterilkan dalam autoklaf selama 1 jam pada suhu 120° C. Dalam *laminar flow*, sampel diencerkan dengan *media eagle's* dan FBS. Sampel yang telah diencerkan dimasukkan dalam *mikropate* 96-sumur sebanyak 50  $\mu$ L lalu diinkubasi 24 jam pada suhu 37° C. Tahap ketiga adalah pengujian sampel yang akan dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut. 10  $\mu$ L pereaksi MTT 5 mg/mL yang telah dilarutkan dalam PBS ditambahkan ke media untuk setiap sumuran kemudian diinkubasi selama 4 jam dalam suhu 37° C. Pelarut DMSO ditambahkan ke setiap sumuran sebanyak 50  $\mu$ L lalu disentrifuse 30 rpm selama 5 menit. Nilai densitas optik *formazan* dihitung dengan *Elisa reader* pada panjang gelombang 630 nm. Penghitungan persentase sel hidup dapat dihitung sesuai dengan persamaan sebagai berikut.

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

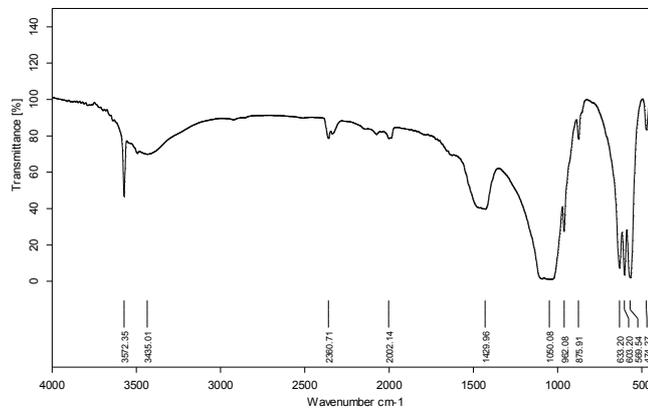
Dimana % sel hidup = persen jumlah sel setelah perlakuan, OD perlakuan = nilai densitas optik sampel setelah perlakuan, OD kontrol media = nilai densitas optik kontrol media, OD kontrol sel = nilai densitas optik kontrol sel.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

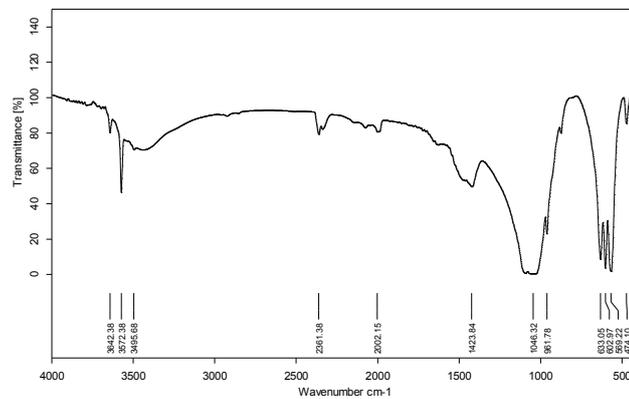
Hasil FTIR diperoleh dalam bentuk spektrum yang menggambarkan besarnya nilai % transmittan dan bilangan gelombang untuk sampel hidroksiapatit makropori. Hasil pengujian FTIR dari ketiga sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam dan 6 jam dapat dilihat pada Gambar 1, Gambar 2 dan Gambar 3.



Gambar 1. Hasil pengujian FTIR dari sampel Hidroksiapatit makropori yang disintering 4 jam.



Gambar 2. Hasil pengujian FTIR dari sampel Hidroksiapatit makropori yang disintering 5 jam.



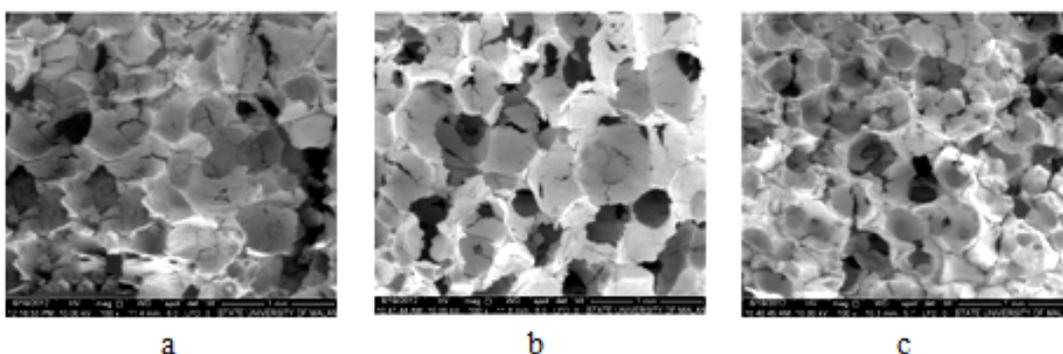
Gambar 3. Hasil pengujian FTIR dari sampel Hidroksiapatit makropori yang disintering 6 jam.

Selama proses pembuatan, *Polyvinyl Alcohol* (PVA) dan busa jenis *Polyurethane* (PU) digunakan bersama dengan hidroksiapatit sampai terbentuk makropori. Sisa-sisa dari PVA dan PU akan semakin berkurang sesuai dengan meningkatnya lama waktu sintering. Dalam hal ini proses sintering selain berfungsi sebagai proses penggabungan partikel-partikel material, proses sintering juga berfungsi sebagai tahap akhir untuk menghilangkan bahan-bahan sisa yang sudah tidak diperlukan.

Untuk mengetahui apakah PVA dan PU masih tersisa dalam sampel hidroksiapatit makropori, maka dilakukan analisis pada ketiga spektrum FTIR sampel. Jika pada sampel masih terdapat PVA, maka pada spektrum FTIR akan muncul puncak gugus vinil (C=C) yang terletak pada bilangan gelombang 1600-1700  $\text{cm}^{-1}$ . Adanya *polyurethane* akan ditunjukkan oleh adanya puncak milik gugus ester (R-COO-R) pada bilangan gelombang (1735-1750  $\text{cm}^{-1}$ ) dan gugus amina (NH) pada bilangan gelombang (3000-3700  $\text{cm}^{-1}$ ).

Dari spektrum FTIR hasil pengujian ketiga sampel pada Gambar 1, Gambar 2 dan Gambar 3 dapat diketahui bahwa tidak ada gugus fungsi vinil milik PVA (C=C) dan gugus ester dan amina dari busa *polyurethane* (NH dan R-COO-R). Dalam spektrum FTIR tersebut hanya terdapat gugus-gugus fungsi milik hidroksiapatit yaitu hidroksil dan fosfat (OH dan  $\text{PO}_4^{3-}$ ). Sehingga dapat dikatakan bahwa ketiga sampel hidroksiapatit makropori yang terbentuk tidak mengandung PVA dan *polyurethane*.

Pengujian dengan SEM dilakukan untuk mengetahui struktur permukaan dan diameter pori sampel. Hasil pengujian SEM yang menunjukkan struktur permukaan dari sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam dan 6 jam dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil pengujian SEM dari sampel Hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering (a) 4 jam, (b) 5 jam, dan (c) 6 jam.

Lama waktu sintering berpengaruh pada ukuran diameter pori dari sampel hidroksiapatit makropori. Ukuran diameter pori sampel hidroksiapatit makropori dapat diukur menggunakan garis skala yang terdapat pada gambar hasil SEM. Setelah dilakukan pengukuran diameter pori pada ketiga sampel tersebut berdasarkan Gambar 4, untuk masing-masing sampel diperoleh ukuran

diameter pori yang berbeda-beda. Pengaruh dari variasi lama waktu sintering terhadap ukuran diameter pori pada sampel hidroksiapatit makropori diperlihatkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengukuran diameter pori dari sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam, 6 jam.

Parameter	Lama Sintering		
	Sampel I 4 jam	Sampel II 5 jam	Sampel III 6 jam
Diameter Pori	449 – 857 $\mu\text{m}$	367 – 769 $\mu\text{m}$	184 – 571 $\mu\text{m}$

Tabel 1 menunjukkan bahwa pada sampel hidroksiapatit makropori, ukuran diameter pori menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Hal ini terjadi karena selama proses sintering berlangsung, terjadi penggabungan butiran atau partikel sehingga material menjadi lebih padat. Semakin lama waktu yang diberikan pada proses sintering maka ukuran pori-pori akan menjadi lebih kecil.

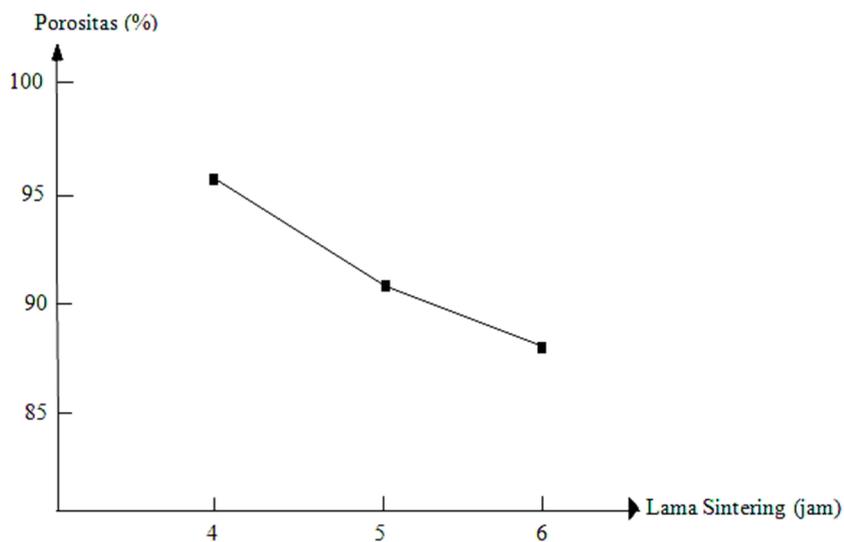
Pada penelitian ini meskipun telah terjadi penurunan ukuran diameter pori sampel terhadap kenaikan lama waktu sintering, namun sampel III yang disintering 6 jam dan memiliki diameter pori terkecil yaitu 184 – 571  $\mu\text{m}$  belum dapat diaplikasikan untuk *bone filler*. Hal ini dikarenakan ukuran diameter pori pada sampel tersebut lebih besar dari ukuran diameter *bone filler* yang efektif untuk pertumbuhan sel tulang, yaitu 100 – 400  $\mu\text{m}$ . Untuk mendapatkan diameter pori hidroksiapatit makropori yang efektif untuk pertumbuhan tulang, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut yaitu dengan meningkatkan pada lama waktu sintering agar diperoleh diameter pori sebesar 100 – 400  $\mu\text{m}$ .

Selain ukuran diameter pori, lama waktu sintering juga berpengaruh terhadap porositas dari sampel hidroksiapatit makropori. Hasil pengujian porositas sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam dan 6 jam dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengujian porositas dari sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam, 6 jam.

Parameter	Lama Sintering		
	Sampel I 4 jam	Sampel II 5 jam	Sampel III 6 jam
Porositas	95,447 %	90,886 %	87,565 %

Setelah dilakukan pengukuran porositas, maka berdasarkan Tabel 2 diperoleh porositas yang berbeda-beda untuk ketiga sampel dengan lama waktu sintering yang berbeda. Pengaruh dari variasi lama waktu sintering terhadap porositas sampel hidroksiapatit makropori ditunjukkan oleh grafik pada Gambar 5.



Gambar 5. Grafik hubungan antara variasi waktu sintering dengan porositas (%) Hidroksiapatit makropori.

Porositas dipengaruhi oleh proses sintering dimana porositas akan menurun ketika lama waktu proses sintering ditingkatkan. Grafik pada gambar 5 menunjukkan bahwa pada sampel hidroksiapatit makropori, porositas menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Sampel III yang disintering selama 6 jam memiliki porositas lebih kecil jika dibandingkan dengan sampel I dan II. Hal ini disebabkan karena selama proses sintering berlangsung terjadi penyusutan akibat penggabungan partikel-partikel yang menyebabkan material menjadi lebih padat. Semakin lama waktu untuk proses sintering, maka penggabungan partikel material menjadi semakin efektif sehingga porositas makin menurun.

Meskipun telah dihasilkan tiga sampel hidroksiapatit makropori dengan porositas sebesar 95,447%, 90,886% dan 87,565% untuk sampel I, II dan III, namun ketiga sampel tersebut masih belum sesuai untuk diaplikasikan sebagai *bone filler*.

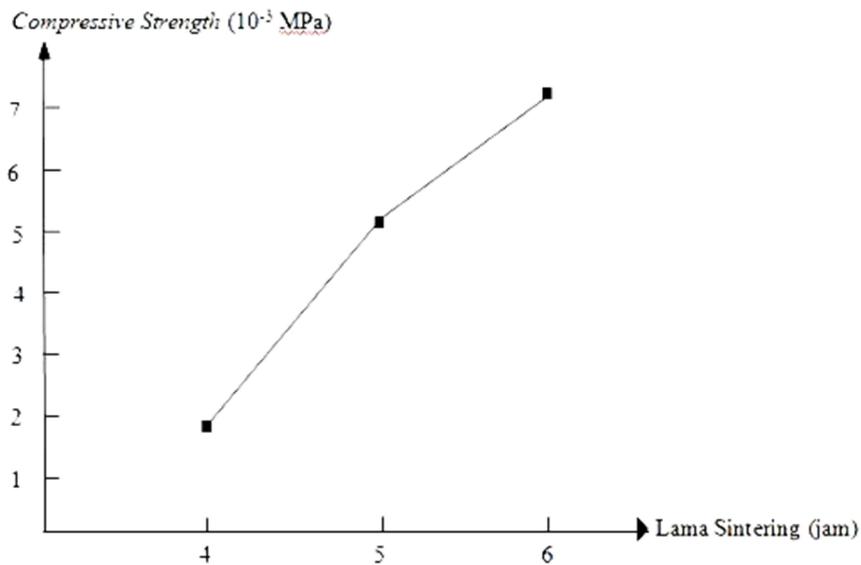
Menurut Keaveny (2004), hidroksiapatit makropori yang akan diaplikasikan sebagai *bone filler* pada tulang *spongious* femur membutuhkan porositas sebesar  $\pm 70\%$ . Pada penelitian ini, ketiga sampel hidroksiapatit makropori yang dihasilkan memiliki porositas lebih dari 70% sehingga belum dapat diaplikasikan untuk *bone filler*. Untuk mendapatkan hidroksiapatit makropori yang memiliki porositas  $\pm 70\%$  dapat dilakukan penelitian lebih lanjut dengan cara menambah lama waktu sinternya yaitu lebih dari 6 jam.

Lama waktu sintering akan berpengaruh terhadap *compressive strength* dari sampel hidroksiapatit makropori. Hasil pengujian *compressive strength* sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam dan 6 jam dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil pengujian *compressive strength* dari sampel hidroksiapatit makropori dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam, 6 jam.

Parameter	Waktu Sintering		
	Sampel I 4 jam	Sampel II 5 jam	Sampel III 6 jam
<i>Compressive Strength</i> (MPa)	$1,9660 \times 10^{-3}$	$5,0847 \times 10^{-3}$	$7,1395 \times 10^{-3}$

Setelah dilakukan pengukuran *compressive strength*, maka berdasarkan Tabel 3 diperoleh nilai *compressive strength* yang berbeda-beda untuk ketiga sampel dengan lama waktu sintering yang berbeda. Pengaruh dari variasi lama waktu sintering terhadap sifat mekanik *compressive strength* sampel hidroksiapatit makropori ditunjukkan oleh grafik pada Gambar 6.



Gambar 6. Grafik hubungan antara variasi waktu sintering dengan *compressive strength* hidroksiapatit makropori.

Lama waktu sintering mempengaruhi sifat mekanik sampel dimana nilai *compressive strength* sampel akan meningkat sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Grafik pada Gambar 6 menunjukkan bahwa pada sampel hidroksiapatit makropori, *compressive strength* meningkat sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Sampel III yang disintering selama 6 jam memiliki nilai *compressive strength* lebih besar jika dibandingkan dengan sampel I dan II. Hal ini disebabkan karena selama proses sintering, terjadi penggabungan partikel-partikel atau butir material sehingga terjadi ikatan yang kuat antara masing-masing butir. Peristiwa ini dapat terjadi karena adanya suatu mekanisme gerakan material diantara butir (proses difusi) dan sumber energi untuk mengaktifkan gerakan tersebut. Semakin lama waktu yang diberikan pada proses sintering, semakin banyak partikel-partikel yang berikatan sehingga material menjadi lebih kuat. Dalam hal ini lama waktu sintering akan berpengaruh pada sifat mekanik bahan termasuk *compressive strength*.

Nilai *compressive strength* dari hidroksiapatit makropori yang akan diaplikasikan sebagai *bone filler* adalah sebesar 7,5 – 41 MPa. Nilai *compressive strength* dari ketiga sampel hidroksiapatit makropori pada penelitian ini belum memenuhi nilai *compressive strength* yang sesuai untuk aplikasi *bone filler*. Nilai *compressive strength* sampel dapat ditingkatkan dengan cara menambah lama waktu sintering sampai didapatkan nilai yang sesuai untuk aplikasi *bone filler*.

Ketiga sampel hidroksiapatit makropori menggunakan PVA dan PU dalam proses pembuatannya. Setelah ketiga sampel hidroksiapatit telah terbukti tidak mengandung PVA dan PU berdasarkan hasil pengujian FTIR, maka perlu dibuktikan apakah ketiga sampel tersebut tidak bersifat toksik. Oleh karena itu dilakukan tahap pengujian toksisitas yaitu uji MTT *assay*.

Hasil pengujian MTT *assay* yang menunjukkan persen sel hidup dari sampel hidroksiapatit makropori yang disintesis dengan variasi lama waktu sintering 4 jam, 5 jam dan 6 jam dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil pengujian MTT *assay* dari sampel hidroksiapatit makropori yang disintesis dengan variasi temperatur sintering 4 jam, 5 jam, 6 jam.

Parameter	Lama Sintering		
	Sampel I 4 jam	Sampel II 5 jam	Sampel II 6 jam
% Sel hidup (OD)	93,187 %	93,987%	96,472%

Tabel 4 merupakan hasil perhitungan nilai densitas optik dari setiap sampel yang diuji. Densitas optik dapat diartikan kemampuan suatu material untuk menyerap suatu cahaya. Nilai dari densitas optik (OD) setara dengan banyaknya sel hidup. Makin tinggi nilai OD maka sel yang hidup semakin banyak.

Setelah dilakukan pengujian MTT *assay*, maka berdasarkan tabel 4 yang diperoleh dari hasil pembacaan *Elisa Reader* menunjukkan bahwa ketiga sampel hidroksiapatit makropori tidak bersifat toksik pada sel. Hal ini ditunjukkan oleh persentase sel yang hidup masih diatas 60 % pada pengujian ketiga sampel tersebut. Ketiga sampel hidroksiapatit makropori tersebut tidak bersifat toksik karena selama proses sinteringnya, PVA dan PU sudah dihilangkan sehingga yang tertinggal hanya hidroksiapatit. Hal tersebut dikuatkan oleh pengujian pada ketiga sampel hidroksiapatit yang telah diuji FTIR dimana pada spektrum FTIR ketiga sampel hanya terdapat gugus-gugus fungsi hidroksil dan fosfat (OH dan  $PO_4^{3-}$ ) atau dengan kata lain tidak ada gugus-gugus fungsi milik PVA dan PU.

Hasil pengujian FTIR memperlihatkan bahwa PVA dan busa telah berhasil dihilangkan melalui proses pemanasan 650° C dan sintering 1000° C dengan lama waktu sintering berbeda. Berdasarkan hasil pengujian SEM dan

porositas, ukuran diameter pori dan porositas sampel hidroksiapatit makropori menurun sesuai dengan kenaikan lama waktu sintering. Penurunan porositas tersebut akan menyebabkan kenaikan pada *compressive strength* sampel. Dalam hal ini perubahan pada ukuran pori sampel akan menyebabkan perubahan pada porositas dan *compressive strength* sampel. Hasil pengujian MTT *assay* juga memperlihatkan bahwa sampel hidroksiapatit makropori yang disintesis menggunakan metode perendaman busa tidak memberikan efek toksik karena PVA dan busa yang telah hilang.

Dari beberapa hasil uji yang telah dilakukan pada ketiga sampel hidroksiapatit makropori, diperoleh karakteristik terbaik yaitu pada sampel III yang disintering pada temperatur 1000° C selama 6 jam. Pada sampel tersebut ukuran diameter pori yang dihasilkan adalah sebesar 184 – 571 µm dengan porositas 87,565 % dan nilai *compressive strength*  $7,1395 \times 10^{-3}$  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 96,472%.

Hidroksiapatit makropori dapat diaplikasikan sebagai *bone filler* jika memenuhi syarat antara lain ukuran pori 100-400 µm, porositas kurang lebih 70%, memiliki *compressive strength* 7,5 – 41 MPa dan tidak bersifat toksik. Dari beberapa pengujian yang telah dilakukan, sampel III memiliki sifat terbaik jika dibandingkan dengan kedua sampel lainnya. Meskipun hasil uji MTT *assay* menunjukkan bahwa sampel III tidak toksik, namun sampel III tersebut belum dapat diaplikasikan sebagai *bone filler* karena ukuran diameter pori, porositas serta nilai *compressive strength*nya tidak memenuhi syarat sebagai *bone filler*. Untuk mendapatkan sampel hidroksiapatit makropori yang diameter pori, porositas dan sifat mekanik *compressive strength*nya sesuai untuk aplikasi *bone filler* maka perlu dilakukan penambahan pada lama waktu sinteringnya.

## **KESIMPULAN**

1. Variasi lama waktu sintering berpengaruh pada ukuran pori, porositas dan sifat mekanik *compressive strength* sampel hidroksiapatit makropori. 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.

2. Sampel III yang disintering selama 6 jam memiliki kandidat untuk aplikasi *bone filler* karena ukuran pori yang dimiliki adalah sebesar 184-571  $\mu\text{m}$ , mendekati ukuran pori yang efektif untuk pertumbuhan sel tulang (100-400  $\mu\text{m}$ ).

#### DAFTAR PUSTAKA

- Ananto, S., 2008, *Analisis Mikrostruktur, Sifat Mekanik dan Sifat Kimia Logam SS-904L*, Skripsi Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Chou, J., *et al.*, 2007, *Conversion of Coral Sand to Calcium Phosphate for Biomedical Application*, Department of Chemistry Materials and Forensic Science, University of Technology Sydney, Australia.
- Callister, W. D., 2001, *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, John Wiley and Sons, Inc, New York.
- Demirkol, *et al.*, *Mechanical and Microstructural Properties of Sheep Hydroxyapatite (SHA) of Nanocrystalline Hydroxyapatite Composites*, Technical Prog. Dept., Vocational School of Degirmendere Ali Ozbay, Kocaeli University. Golcuk, Turkey.
- Descamps, M., *et al.*, 2007, *Manufacture of macroporous  $\beta$  - 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.
- Descamps, M., *et al.*, 2008, *Synthesis of Macroporous  $\beta$  - 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.
- Gross, K. A., *et al.*, 1997, *Thermal Processing of Hydroxyapatite for Coating Production*, Thermal Spray Laboratory, Department of Materials Science and Engineering, State University of New York at Stony Brook, New York.
- Heimann, R. B., 2001, *Modern Bioceramic Materials : Design, Testing, and Clinical Application*, Department of Mineralogy Freiberg University of Mining and Technology Brennhaugasse 14, 09596 Freiberg, Germany.
- 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.
- Keaveny, T. M., 2004, *Standard Handbook of Biomedical Engineering and Design*, McGraw Hill.
- Kurniawan, S. B., 2012, *Sintesis dan Karakterisasi Sifat Mekanik Mortar Berbasis Material Komposit Silika Amorf dengan Variasi Penambahan Sekam Tebu*, Skripsi Jurusan Fisika, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Li, S., *et al.*, 2003, *Macroporous Biphasic Calcium Phosphate Scaffold with High Permeability / Porosity Ratio*, IISO TIS NV, Bilthoven, The Netherlands.
- Liebschner, M. A. K., *et al.*, 2003, *Optimization of Bone Scaffold Engineering for Load Bearing Applications*, Department of Bioengineering, Rice University, Texas, USA.
- Miao, X., *et al.*, 2010, *Graded/Gradient Porous Biomaterials*, Institute of Health and Biomedical Innovation, Queensland University of Technology, 60 Musk Avenue, Kelvin Grove, QLD 4059, Australia.
- Mooney, D. J., *et al.*, 2000, *Engineering Biomaterials for Tissue Engineering: The 10–100 Micron Size Scale*, *The Biomedical Engineering Handbook, Second Edition*, Boca Raton: CRC Press LLC.
- Muzzarelli, R. A. A., *et al.*, 1978. *Enhanced Capacity of Chitosan for Transition Metal Ions in Sulphate – Sulphuric Acid Solution*. *Talanta*. Vol 21. Pp. 1137-1143.
- Nath, S., *et al.*, 2006, *A Comparative Study of Conventional Sintering with Microwave Sintering of Hydroxyapatite Synthesized by Chemical Route*, Laboratory for Advanced Ceramics, Department of Materials & Metallurgical Engineering, IIT-Kanpur National Metallurgical Laboratories, Jamshedpur.
- Oktar, *et al.*, 2007, *Mechanical Properties of Bovine Hydroxyapatite (BHA) Composites Doped with SiO<sub>2</sub>, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and ZrO<sub>2</sub>*, School of Engineering, Industrial Engineering Department, Marmara University, Goztepe Campus, Ziverbey, Kadikoy, Istanbul, Turkey.
- Park, J., *et al.*, 2007, *Biomaterials an Introduction, 3rd Edition*, Springer, New York.
- Phillips, G. O., 2005, *Clinical Application of Bone Allografts and Substitutes Biology and Clinical Application*, World Scientific, London.
- 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.

- Ratner, B. D., *et al.*, 2004, *Biomaterial Science, Second Edition*, Elsevier Scademic Press, San Diego.
- Sahin, E., 2006, *Shynthesis and Characterization of Hydroxyapatite – Alumina – Zirconia Biocomposit*, Izmir Institute of Technology, Izmir.
- Sari, N. A. W., 2005, *Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering pada Pembentukan Paduan PbS*, Skripsi Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Sloane, E., 2003, *Anatomi dan Fisiologi untuk Pemula*, EGC, Jakarta.
- Swain, S. K., 2009, *Processing of Porous Hydroxyapatite Scaffold*, Thesis Department of Ceramic Engineering, National Institute of Technology, Rourkela.
- Syafrudin, H., 2011, *Analisis Mikrostruktur, Sifat Fisis dan Sifat Mekanik Keramik Jenis Refraktori*, Skripsi Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Sedyono, J., 2008, *Proses Sintesis dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit dari Gypsum Alam Kulon Progo*, Teknik Mesin UGM, Yogyakarta.
- Smith, W. F., 1990, *Principles of Material Science and Engineering, Second Edition*, Mc Graw-Hill Publishing Company, New York.
- Thermo Nicolet. 2002. *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. Thermo Nicolet Corporation All rights reserver, Worldwide.
- Viswanath, *et al.*, 2004, *Synthesis, Sintering and Microstructural Characterization of Nanocrystalline Hydroxyapatite Composites*, Materials Research Centre, Indian Institute of Science, Bangalore, India.
- Wijayanti, F., 2010, *Variasi Komposisi Cobalt - Chromium Pada Komposit Co-Cr-HAP Sebagai Bahan Implan*, Skripsi Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya.
- Yeo, W. H., 2008, *Improvement in Sinterability of Hydroxyapatite by Addition of Magnesium Oxide*, Universiti Tenaga Nasional, Malaysia.
- Ylinen, P., 2006, *Applications of Coralline Hydroxyapatite with Bioabsorbable Containment and Reinforcement as Bone Graft Substitute*, Academic dissertation Department of Orthopaedics and Traumatology, Helsinki University Central Hospital and University of Helsinki, Helsinki.