

YUSRIL YUSUF, dkk.

HIDROKSIAPATIT

BERBAHAN DASAR BIOGENIK



GADJAH MADA UNIVERSITY PRESS

HIDROKSIAPATIT BERBAHAN DASAR BIOGENIK

Penulis:

Yusril Yusuf
Dyah Uswatun Khasanah
Firda Yanuar Syafaat
Ishak Pawarangan
Mona Sari
Vicky Julius Mawuntu
Yazida Rizkayanti

Editor:

Ifan

Proofreader:

Alfiansari

Desain sampul:

Anton

Tata letak isi:

Andre

Penerbit:

Gajah Mada University Press
Anggota IKAPI

Ukuran : 15,5 × 23 cm; xiv + 136 hlm

ISBN : 978-602-386-420-1
1908232-B2E

Redaksi:

Jl. Grafika No. 1, Bulaksumur
Yogyakarta, 55281
Telp./Fax.: (0274) 561037
ugmpress.ugm.ac.id | gmupress@ugm.ac.id

Cetakan pertama: Agustus 2019

2875.116.08.19

Hak Penerbitan ©2019 Gajah Mada University Press

Dilarang mengutip dan memperbanyak tanpa izin tertulis dari penerbit, sebagian atau seluruhnya dalam bentuk apa pun, baik cetak, photoprint, microfilm, dan sebagainya.

KATA PENGANTAR EDITOR

Puji dan syukur atas kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan limpahan rahmat-Nya berupa kesehatan dan berkah-Nya sehingga buku *Hidroksiapatit Berbahan Dasar Biogenik* dapat diselesaikan proses penyuntingannya dengan baik.

Hidroksiapatit merupakan senyawa biomaterial golongan keramik yang tersusun dari kalsium dan fosfat. Peranan hidroksiapatit berperan dalam implantasi tulang, bahan cangkok tulang, dan pengobatan. Karakteristiknya mudah beradaptasi dan diserap oleh jaringan tubuh dan strukturnya yang mirip dengan struktur kimia dalam tubuh manusia, oleh karena itu hidroksiapatit mempunyai peranan penting dalam dunia medis.

Buku ini terdiri dari tujuh bab yang tersusun secara sistematis. Penulis memaparkan satu per satu pemahaman pada hidroksiapatit secara runtut, lalu dilanjutkan dengan penggunaan bahan dasar biogenik yang terdapat pada cangkang kerang hijau, cangkang keong mas, cangkang rajungan, cangkang kerang darah, cangkang burung puyuh, cangkang kerang simping, tulang kerbau, dan tulang ikan tuna, dalam sintesis hidroksiapatit. Pada bab-bab berikutnya pula akan dipaparkan hasil sintesis bahan biogenik tersebut menggunakan berbagai macam metode sintesis, pengaruh parameter sintesis, karakterisasi hidroksiapatit, hingga aplikasinya dalam *scaffold*.

Semoga buku ini dapat bermanfaat dan berkontribusi dalam memberikan pemahaman lebih lanjut mengenai aplikasi hidroksiapatit dengan bahan dasar biogenik, baik kepada mahasiswa, dosen, peneliti, maupun masyarakat umum yang tertarik menggeluti biomaterial.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT. atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga buku yang berjudul *Hidroksiapatit Berbahan Dasar Biogenik* ini dapat terselesaikan. Penyusunan buku ini dimaksudkan untuk menambah referensi bagi pembaca terkait dengan sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit serta aplikasinya dalam *scaffold*.

Buku ini dapat digunakan sebagai acuan bagi siapa saja yang ingin mendalami tentang hidroksiapatit. Pembahasan buku ini terbatas pada penggunaan bahan dasar biogenik (cangkang kerang hijau, cangkang keong mas, cangkang rajungan, cangkang kerang darah, cangkang burung puyuh, cangkang kerang simping, tulang kerbau, dan tulang ikan tuna) dalam sintesis hidroksiapatit menggunakan metode presipitasi, pengaruh parameter sintesis (konsentrasi molaritas, waktu pengadukan, suhu sintesis, suhu dan waktu *sintering*), karakterisasi hidroksiapatit, serta aplikasinya dalam *scaffold*. Dengan harapan pada kesempatan lain bahan dasar biogenik, metode sintesis, parameter sintesis, serta aplikasi lainnya dapat ditulis pada buku selanjutnya.

Besar harapan bahwa buku ini dapat memudahkan pembaca dalam memahami materi yang disajikan dan bisa memberikan manfaat bagi para pembaca. Penulis menyadari bahwa di dalam buku ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, segala kritik dan saran yang sifatnya membangun dan bermanfaat untuk kesempurnaan buku ini sangat penulis harapkan.

Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan sehingga buku ini dapat terselesaikan dengan baik.

Terima kasih.

Penulis

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR EDITOR.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	vii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
BAB 2 HIDROKSIAPATIT DAN BAHAN BIOGENIK	15
2.1 Hidroksiapatit.....	15
2.2 Potensi Bahan Biogenik	20
BAB 3 METODE SINTESIS HIDROKSIAPATIT.....	39
3.1 Metode Hidrotermal.....	39
3.2 Metode Sol-Gel	40
3.3 Metode Deposisi Biomimetik	41
3.4 Metode <i>Interfacial Reaction</i> Menggunakan <i>Multiple Emulsion</i>	42
3.5 Metode <i>Cationic Surfactant Template</i>	43
3.6 Metode Presipitasi.....	44
BAB 4 KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT.....	51
4.1 <i>X-Ray Diffractometer (Xrd)</i>	51
4.2 <i>Fourier Transform Infrared (Ftir)</i>	55
4.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i>	58
4.4 <i>Sem-Edx Dan Mapping</i>	60
4.5 <i>Dta/Tga</i>	63
4.6 Uji Kekerasan Mikro.....	66
BAB 5 HIDOKSIAPATIT DARI BAHAN BIOGENIK.....	69
5.1 Preparasi Kalsium Oksida.....	70
5.2 Sintesis Hap.....	72
5.3 Karakterisasi Hidroksiapatit.....	75

BAB 6	PARAMETER SINTESIS	79
6.1	Konsentrasi Molaritas	79
6.2	Waktu Pengadukan	81
6.3	Suhu Sintesis	87
6.4	Suhu <i>Sintering</i>	92
6.5	Suhu Dan Waktu <i>Sintering</i>	95
BAB 7	<i>SCAFFOLD</i> HIDROKSIAPATIT.....	101
7.1	<i>Scaffold</i> Hap Sebagai Kandidat Implan Tulang Prostesis	101
7.2	Fabrikasi <i>Scaffold</i> Hidroksiapatit.....	104
7.3	Porositas <i>Scaffold</i> Hidroksiapatit	111
GLOSARIUM.....		113
DAFTAR PUSTAKA.....		117
INDEKS.....		131
TIM RISET BIOMATERIAL		133

DAFTAR TABEL

Tabel 1.1	Perbedaan berbagai jenis biomaterial.....	2
Tabel 1.2	Beragam prekursor bahan sintesis HAp dan metode yang digunakan	10
Tabel 1.3	Karakteristik <i>scaffold</i> HAp dari beragam metode rekayasa fabrikasi	12
Tabel 2.1	Fase Kalsium fosfat	15
Tabel 2.2	Perbandingan komposisi email, gigi, tulang, dan HAp.....	19
Tabel 2.3	Sifat mekanik dan kimia hidroksiapatit	20
Tabel 2.4	Kandungan anorganik cangkang telur burung puyuh.....	31
Tabel 2.5	Kadar kalsium pada cangkang telur ayam, bebek, dan puyuh	32
Tabel 3.1	Prekursor sintesis HAp menggunakan metode sol-gel.....	40
Tabel 3.2	Konsentrasi ion dari larutan SBF.....	41
Tabel 3.3	Perbandingan kelebihan dan kekurangan metode sintesis HAp	44
Tabel 5.1	Persentase defisit massa CaO	72
Tabel 5.2	Defisit massa dan proses sintesis HAp	73
Tabel 5.3	Penambahan NH ₄ OH pada proses sintesis	75
Tabel 5.4	Kandungan unsur HAp berbahan dasar biogenik.....	77
Tabel 6.1	Hasil analisis XRD untuk sampel hidroksiapatit.....	82
Tabel 6.2	Perhitungan rasio molar Ca/P dari keempat sampel hidroksiapatit.....	87
Tabel 6.3	Rangkuman hasil karakterisasi HAp berbahan dasar cangkang kerang darah	91

Tabel 7.1	Karakteristik <i>scaffold</i> HAp dari beragam metode rekayasa fabrikasi	105
Tabel 7.2	Distribusi ukuran pori ideal <i>scaffold</i> pada rekayasa jaringan tulang	111

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Aplikasi implan dalam anatomi manusia	3
Gambar 2.1	Struktur kristal hidroksiapatit.....	17
Gambar 2.2	Skema anatomi kerang hijau	21
Gambar 2.3	Morfologi cangkang keong mas.....	23
Gambar 2.4	Spektrum FTIR bubuk cangkang keong mas.....	24
Gambar 2.5	Pola difraksi sinar-X dari cangkang keong mas.....	25
Gambar 2.6	Cangkang kerang darah.....	26
Gambar 2.7	Hasil XRD Cangkang kerang darah (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi 900°C.....	27
Gambar 2.8	Cangkang rajungan.....	27
Gambar 2.9	Hasil XRD Cangkang rajungan (a) sebelum kalsinasi, (b) setelah kalsinasi 900°C	28
Gambar 2.10	Cangkang kerang simping.....	30
Gambar 2.11	Pola XRD cangkang kerang simping (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi; (■) CaCO_3 , (●) CaO , (○) Ca(OH)_2	30
Gambar 2.12	Cangkang telur puyuh	31
Gambar 2.13	Pola XRD cangkang telur puyuh (*) CaCO_3 , (+) CaO	32
Gambar 2.14	Bagian tulang paha (femur) kerbau.....	33
Gambar 2.15	Kenampakan warna tulang: a) sebelum; b) sesudah kalsinasi.....	34
Gambar 2.16	Serbuk tulang kerbau.....	34
Gambar 2.17	Spektrum FTIR dari CaO tulang kerbau	35
Gambar 2.18	Ikan tuna dan habitatnya	36
Gambar 2.19	Tulang ikan tuna.....	37
Gambar 2.20	Pola XRD tulang ikan tuna	38
Gambar 2.21	Pola XRD tulang ikan tuna setelah dikalsinasi 1.000°C ..	38

Gambar 3.1	Morfologi HAp yang dihasilkan melalui proses <i>Interfacial Reaction</i> menggunakan <i>Multiple Emulsion</i> . (a) Citra SEM dan (b) citra TEM.....	42
Gambar 3.2	Citra SEM dari HAp hasil sintesis menggunakan metode <i>cationic surfactant template</i> yang di- <i>sintering</i> pada suhu (a) 550°C, (b) 700°C; dan citra TEM pada suhu (c) 550°C, (d) 700°C.....	43
Gambar 3.3	Diagram alir proses pembuatan CaO	45
Gambar 3.4	(a) Proses <i>ball mill</i> /penggilingan bahan biogenik, (b) proses kalsinasi CaCO ₃	45
Gambar 3.5	Diagram alir proses sintesis HAp dengan metode presipitasi	46
Gambar 3.6	(a) Proses titrasi, (b) proses pengaturan pH, (c) hasil pengendapan.....	47
Gambar 4.1	Skema sinar-X difraktometer	52
Gambar 4.2	Ilustrasi hukum difraksi Bragg.....	53
Gambar 4.3	Contoh pola difraksi hidroksiapatit.....	53
Gambar 4.4	Ilustrasi vibrasi (a) <i>stretching</i> simetri, (b) <i>stretching</i> asimetri, (c) <i>bending rocking</i> , (d) <i>bending scissoring</i> , (e) <i>bending wagging</i> , dan (f) <i>bending twisting</i>	56
Gambar 4.5	Skema FTIR	57
Gambar 4.6	Ilustrasi spektrum inframerah pada bilangan gelombang 4.000 sampai 400	58
Gambar 4.7	Skema mesin SEM	59
Gambar 4.8	SEM HAp cangkang telur	59
Gambar 4.9	Prinsip kerja SEM-EDX.....	60
Gambar 4.10	Contoh hasil SEM-EDX.....	61
Gambar 4.11	Perbedaan pengambilan area <i>scanning</i> pada SEM-EDX	62
Gambar 4.12	Contoh hasil <i>mapping</i> HAp.....	63
Gambar 4.13	Representasi Diagram TGA	64
Gambar 4.14	Representasi diagram dari puncak Tg, eksotermik, endotermik sebagaimana diukur oleh DTA.....	65
Gambar 4.15	Instrumen TGA-DTA	65
Gambar 4.16	Termogram dari sampel nano-HAp (A) dikeringkan, (B) dipanaskan, dan (C) komersial.....	65

Gambar 4.17	Alat uji kekerasan Knoop (a) Indentor piramid Knoop dan (b) pola hasil indentasi Knoop	66
Gambar 4.18	Susunan alat dan spesimen coba untuk pengukuran kekerasan mikro	67
Gambar 5.1	Beberapa bahan biogenik sebagai bahan dasar sintesis HAp	69
Gambar 5.2	Hasil Analisis DTA/TGA <i>Calcium Oxide</i> (CaO) Pada Suhu Kalsinasi (a) 650°C, (b) 750°C, (c) 850°C, dan (d) 950°C.....	71
Gambar 5.3	Serbuk kristal HAp.....	72
Gambar 5.4	Bubuk HAp berbahan dasar biogeni	74
Gambar 5.5	Morfologi HAp berbahan dasar biogenik	76
Gambar 5.6	XRD HAp berbahan dasar biogenik	78
Gambar 6.1	Pola XRD HAp berbahan dasar cangkang kerang simping yang disinter pada suhu 1050°C pada konsentrasi Ca/P (i) 0,5:0,3, (ii) 1:0,6, dan (iii) 1,67:1.....	80
Gambar 6.2	Pola spektrum XRD pada keempat sampel HAp dengan variasi waktu pengadukan (a) 15 menit, (b) 30 menit, (c) 45 menit, dan (d) 60 menit	81
Gambar 6.3	Spektrum FTIR pada keempat sampel HAp dengan variasi waktu pengadukan (a) 15 menit, (b) 30 menit, (c) 45 menit, (d) 60 menit.	84
Gambar 6.4	Hasil karakterisasi SEM untuk keempat sampel hidroksiapatit dengan variasi waktu pengadukan A) 15 menit, B) 30 menit, C) 45 menit, dan D) 60 menit	86
Gambar 6.5	Spektrum FTIR HAp berbahan dasar cangkang rajungan (a) sampel suhu ruang, (b) Sampel 40°C, (c) Sampel 60°C, dan (d) Sampel 80°C	89
Gambar 6.6	Tahapan-tahapan selama proses <i>sintering</i>	92
Gambar 6.7	Pola XRD HAp berbahan dasar cangkang kerang simping yang disinter pada suhu (i) 650°C, (ii) 850°C, dan (iii) 1.050°C.....	93
Gambar 6.8	Pengaruh strain pada kisi kristal (a) Kisi kristal yang ideal (tanpa <i>strain</i>), (b)kisi kristal akibat <i>strain</i> seragam, dan (c) kisi kristal akibat strain tidak seragam	97

Gambar 6.9	Ukuran kristalit sampel tanpa dan dengan variasi suhu 650°C, 850°C, dan 1050°C dengan waktu sintering 3, 5, 7, dan 9 jam.	98
Gambar 6.10	Morfologi sampel (a) tanpa perlakuan, (b) HA 6–5, (c) HA 8–5, dan (d) HA 10–5 perbesaran 1500× dan 3000×. Inset : Perbesaran 5000× dan 10000×.....	99
Gambar 6.11	Ukuran kristalit sampel pada perlakuan waktu <i>sintering</i> ..	100
Gambar 7.1	Hirarki struktur tulang: (a) tulang kortikal dan tulang cancellous; (b) osteon dengan sistem Harvesian; (c) lamellae; (d) kolagen yang tersusun atas fibril kolagen; dan (e) kristal mineral tulang, molekul kolagen, dan protein non-kolagen.....	102
Gambar 7.2	Ilustrasi sekumpulan fibril kolagen dan serat serta kristal mineral tulang.....	103
Gambar 7.3	Ilustrasi aplikasi scaffold tulang; (kiri) Scaffold digunakan untuk mengisi celah akibat defek tulang sebagai media terbentuknya jaringan tulang baru; (kanan) matriks pori dibentuk oleh matriks polimer keramik	104
Gambar 7.4	Contoh tampilan pori makro pada scaffold HAp: (a) tanpa porogen, (b) porogen PEO 5% wt, (c) porogen PEO 10% wt, dan (d) porogen PEO 15% wt., inset: perbesaran 3000 kali.....	106
Gambar 7.5	Skema mekanisme <i>sintering</i> untuk sistem dua partikel ...	107
Gambar 7.6	Kemungkinan jalur transpor pori bergerak bersama batas (<i>boundary</i>) butir	107
Gambar 7.7	Grafik hubungan ukuran butir terhadap ukuran pori dan pengaruh impuritas terhadap migrasi ukuran pori	108
Gambar 7.8	Perbandingan hasil fabrikasi scaffold HAp menggunakan porogen PEO melalui karakterisasi: (a) XRD; (b) FTIR .	109
Gambar 7.9	Microstrain dari scaffold HAp hasil sintesis menggunakan porogen PVA, PVP, dan PEO	110
Gambar 7.10	Pengaruh penambahan konsentrasi porogen terhadap kekuatan mekanik <i>scaffold</i> menggunakan metode <i>porogen leaching</i> : (a) porogen PVA, (b) porogen PVP, dan (c) porogen PEO (Sumber: Mawuntu, 2017).....	112