

## KEKERASAN MICRO VICKERS KOMPAKSI HIDROKSIAPATIT DARI GIPSUM ALAM KULON PROGO DENGAN VARIASI TEKANAN 140, 170, 200 MPA SEBELUM DAN SESUDAH DISINTER PADA TEMPERATUR 1400°C

**Joko Sedyono<sup>1</sup>, A.E Tontowi<sup>2</sup>, A. Hariyanto<sup>1</sup>, dan S.C. Wibowo<sup>3</sup>**

<sup>1</sup> Teknik Mesin UMS dan Alumni Progd Teknik Mesin, Sekolah PS UGM

<sup>2</sup> Jurusan Teknik Mesin dan Industri UGM

<sup>3</sup> Alumni Teknik Mesin UMS

Korespondensi: Teknik Mesin UMS Jl. A. Yani Tromol Pos 1 Pabelan Kartasura Surakarta, 57102,  
e-mail: mas.joko@ymail.com

### Abstrak

*Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kekerasan Micro Vickers hidroksiapatit, setelah dikompaksi dengan variasi tekanan sebelum dan sesudah sintering.*

*Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk hidroksiapatit dari gipsum alam Kulon Progo (KPHAp/Kulon Progo Hydroxyapatite) dengan kemurnian 85% yang dikompaksi dengan variasi tekanan 140, 170 dan 200 MPa lalu disinter pada temperatur 1400°C selama 3 jam. Kemudian dilakukan pengujian kekerasan Micro Vickers.*

*Dari pengujian yang telah dilakukan didapatkan nilai kekerasan pada spesimen yang belum disinter yaitu 16.2 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 140 MPa (14,3 kg/mm<sup>2</sup>), 20.99 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 170 MPa (17,3 kg/mm<sup>2</sup>) dan 26.42 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 200 MPa (20,4 kg/mm<sup>2</sup>). Dan didapatkan nilai kekerasan pada spesimen yang sudah disinter yaitu 150.66 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 140 MPa, 201.35 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 170 MPa dan 232.54 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 200 MPa. Jadi hasil yang diperoleh dari penelitian ini menunjukkan bahwa semakin tinggi tekanan maka nilai kekerasan juga akan semakin tinggi pula baik pada spesimen yang belum maupun yang sudah disinter. Hal ini akibat dari meningkatnya proses pepadatan pada serbuk yang dikompaksi. Kemudian dengan sintering maka akan meningkatkan kekerasan spesimen dengan sangat signifikan (rata-rata 9 kali) dikarenakan terjadi ikatan batas butir (bonding interface) dari serbuk-serbuk penyusunnya akibat adanya proses pemanasan.*

**Kata kunci:** hidroksiapatit, kompaksi, sintering, kekerasan Micro Vickers

### Pendahuluan

Dewasa ini kebutuhan masyarakat akan bahan baku industri bidang kesehatan khususnya dalam dunia kedokteran tulang dan gigi yaitu mengenai kebutuhan akan bahan rehabilitasi cukup besar, sehingga upaya dikembangkan untuk mencari alternatif bahan rehabilitasi dari bahan lokal yang baik, untuk menggantikan struktur jaringan yang hilang tanpa menimbulkan efek negatif.

Untuk mendapatkan bahan rehabilitasi tersebut sangat sulit di samping itu juga harganya mahal, karena untuk mendapatkan bahan tersebut harus mengimpor dari luar negeri. Bahan rehabilitasi tersebut salah satunya adalah hidroksiapatit [HAp, Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>] yang mana merupakan bahan biokeramik yang bersifat bioaktif dan dapat menimbulkan respon biologis spesifik pada pertemuan bahan dengan jaringan yang akan menimbulkan proses pembentukan tulang (osteogenesis) antara bahan dengan jaringan tubuh, karena bahan hidroksiapatit (HAp) ini mirip dengan komponen-komponen dari tulang dan gigi manusia yaitu komponen ion-ion kalsium (Ca<sup>2+</sup>).

Banyak penelitian telah dilakukan antara lain Furuta dkk. (1998) yang mensintesa hidroksiapatit dari reaksi antara gipsum *mold waste* 5x10x20 mm dengan 40 ml 0,5 M larutan diamonium hidrogen fosfat dengan cara *hydrothermal treatment (conventional-hydrothermal)* pada suhu 50 – 100°C dan dipelajari sifat-sifatnya. Di sini dia mengembangkan novel proses untuk mempersiapkan HAp monolith langsung dari gipsum *waste* dengan kristalisasi *in situ* dengan menggunakan reaksi kimia berikut:



Diperoleh konversi gipsum ke HAp (100%) pada suhu 50°C dalam waktu 15 hari dan 100°C dalam 2 hari.

Katsuki dkk. (1999) mensintesa HAp dengan *microwave*. Sintesa HAp diperoleh dari reaksi antara serbuk gipsum (0,5 gr) dan 40 ml 0,5 M larutan diamonium hidrogen fosfat pada suhu 100°C selama 0,5 – 120 menit dalam

Teflon menggunakan sebuah *microwave digestion system*. Kemudian hasilnya dicuci dengan air murni, lalu dikeringkan pada suhu di bawah 50°C. Untuk mengetahui pengaruh *microwave*, juga dilakukan reaksi yang sama dengan cara *conventional-hydrothermal*. Dengan cara *microwave* diperoleh konversi gipsium ke HAp (100%) dalam waktu 5 menit, sedangkan dengan *conventional-hydrothermal* membutuhkan waktu 8 hari. Jadi lebih cepat menggunakan system *microwave* daripada *conventional-hydrothermal*.

Hong dkk. (2005), membuat hidroksiapatit yang berasal dari hasil reaksi antara serbuk calsium hidroksid  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dengan fosforus pentoksida ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ). Penelitian ini dilakukan dengan sebuah mixing dengan menggunakan bola-bola baja berukuran 6 mm, cara ini dikenal dengan metode *mechanical alloying*, dengan cara 10 gr serbuk calsium hidroksid dan fosforus pentoksida di mixing didalam mixer tersebut dengan 100 gr bola-bola baja dan diaduk dalam beberapa menit yaitu 0 menit, 30 menit, 60 menit, dan 180 menit. Penelitian ini menghasilkan kekerasan 100-160  $\text{kg/mm}^2$  dan pengujian kekuatan bending sebesar 55,1-85,4 MPa.

Nasution (2006), melakukan penelitian tentang serbuk hidroksiapatit (HAp) dengan mereaksikan calsium carbonat atau kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) dengan trisodium fosfat ( $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) pada perlakuan hidrotermal untuk memperoleh hidroksiapatit (HAp) sintetik. Kemudian serbuk dikompaksi dengan variasi tekanan 125, 140, 155, 170, 185 dan 200 MPa dan disinter pada temperatur 1300°C selama 3 jam. Hidroksiapatit yang sudah disinter lalu diuji terhadap sifat kekerasan, *bending* dan *densitas* sehingga didapatkan angka kekerasan berturut-turut 137, 159, 170, 192, 264 dan 292  $\text{kg/mm}^2$ , *bending* 30-50, dan 39 MPa dan *densitas* 2.15, 2.33, 2.36, 2.41, 2.43 dan 2.48  $\text{g/cc}$ .

Sedyono dkk (2007 dan 2008) berhasil mensintesa KPHAp (Kulon Progo Hydroxyapatite) dari gipsium alam Kulon Progo dengan diamonium hidrogen fosfat dengan metode hidrotermal *microwave* dengan mengacu kepada Furuta.

Dari itu Indonesia sangat berpotensi memproduksi HAp sendiri mengingat Indonesia adalah penghasil gipsium alam yang cukup potensial (misalnya di Kulon Progo Jogjakarta) untuk dikembangkan sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui salah satu sifat mekanis KPHAp yaitu kekerasan kompaksi serbuk hidroksiapatit baik sebelum maupun sesudah sintering.

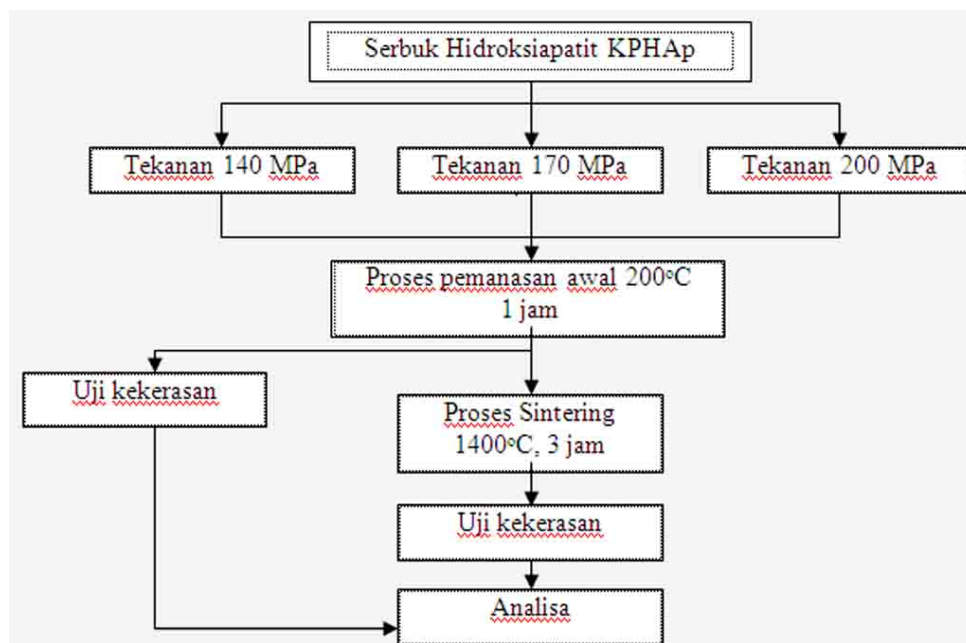
## Metodologi Penelitian

### Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk hidroksiapatit KPHAp hasil sintesa dari 5 g gipsium alam ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dengan ukuran partikel maksimum 53  $\mu\text{m}$  yang diperoleh dari Kulon Progo Jogjakarta dengan 400 ml larutan 0,5 M diamonium hidrogen fosfat (Merck Jerman) pada suhu 100°C selama 30 menit kemudian dikeringkan dengan suhu di bawah 50°C dengan menggunakan *microwave* (Sedyono dkk., 2007).

### Alur Penelitian

Alur penelitian ini ditampilkan pada Gambar 1. Penelitian ini dijalankan secara eksperimental laboratoris.

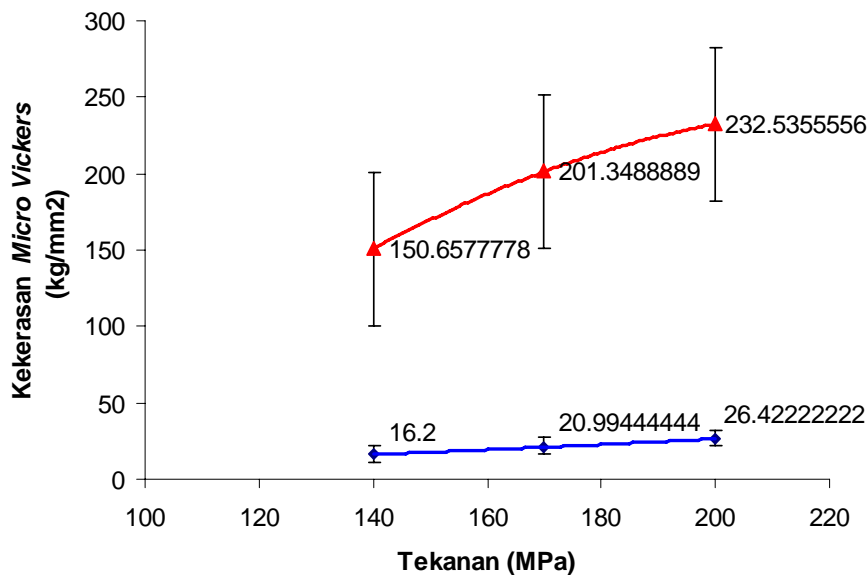


Gambar 1. Diagram alur penelitian

### Jalannya Penelitian

- Serbuk KPHAp dicampur dengan *aquades* dengan rasio berat *aquades* dibandingkan dengan serbuk adalah 1:2.
- Kemudian KPHAp dilakukan kompaksi dengan tekanan 140, 170 dan 200 MPa supaya nantinya membentuk tablet dengan dimensi diameter 15 mm dan tinggi 5 mm.
- Dikeringkan dengan oven pada temperatur 200°C selama 1 jam.
- Pengujian kekerasan sebelum sintering dengan menggunakan alat uji kekerasan *Micro Vickers (Hardness Tester Type 38505)* yang mengacu pada standar ASTM C 1327
- Proses Sintering dilakukan dalam dapur Carbolite dengan temperatur 1400°C selama 3 jam
- Pengujian kekerasan sesudah sintering.

### Hasil dan Pembahasan



Gambar 2. Hubungan tekanan kompaksi terhadap nilai kekerasan KPHAp sebelum (bawah) dan sesudah sintering (atas)

Dari Gambar 2 (bawah) dapat dilihat bahwa hasil pengujian kekerasan *Vickers* pada hidroksiapatit yang dikompaksi pada tekanan 140 MPa (14,3 kg/mm<sup>2</sup>), 170 MPa (17,3 kg/mm<sup>2</sup>) dan 200 MPa (20,4 kg/mm<sup>2</sup>) didapati harga kekerasan rata-rata hidroksiapatit yang telah dikompaksi menunjukkan nilai kekerasan 16.2 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 140 MPa, 20.99 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 170 MPa dan 26.42 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 200 MPa. Dari ketiga nilai kekerasan hasil pengujian dapat diketahui bahwa seiring meningkatnya tekanan maka akan naik pula kekerasan yang dihasilkan. Bahwa spesimen hasil kompaksi (*green body*) sebelum sintering dengan variasi tekanan kompaksi menunjukkan bahwa nilai kekerasan akan semakin tinggi seiring dengan meningkatnya tekanan yang diberikan. Hal ini disebabkan dengan semakin meningkatnya tekanan kompaksi terhadap serbuk hidroksiapatit maka akan semakin meningkat pula ikatan (*bonding*) antar butir serta mengecilnya rongga-rongga (*void*) antar butir pada spesimen, sehingga jarak antar butir semakin rapat sehingga terjadi peningkatan kekerasan seiring dengan meningkatnya tekanan yang diberikan. Bahwa pemampatan dapat terjadi dengan cara memberikan gaya penekanan uniaksial (German, 1984).

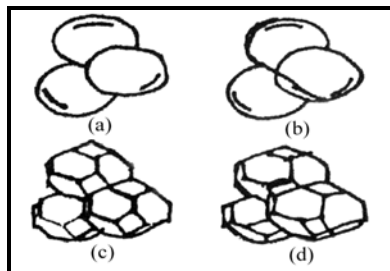
Kemudian pada Gambar 2 (atas) dapat dilihat hasil pengujian kekerasan *Vickers* pada hidroksiapatit yang dikompaksi pada tekanan 140, 170 dan 200 MPa yang kemudian disinter pada temperatur 1400°C selama 3 jam. Didapat bahwa harga kekerasan rata-rata hidroksiapatit yang telah dikompaksi dan kemudian di sintering, menunjukkan nilai kekerasan 150.66 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 140 MPa, 201.35 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 170 MPa dan 232.54 kg/mm<sup>2</sup> pada tekanan 200 MPa. Dari hasil yang didapatkan, sama halnya dengan pengujian kekerasan sebelum sintering. Pada pengujian sesudah sintering juga mengalami peningkatan kekerasan seiring dengan meningkatnya tekanan yang diberikan.

Dengan data hasil pengujian kekerasan dari spesimen hasil kompaksi yang kemudian disinter pada temperatur 1400°C selama 3 jam, menunjukkan nilai kekerasan yang semakin tinggi seiring dengan meningkatnya tekanan yang diberikan. Hal ini disebabkan oleh karena dengan meningkatnya tekanan maka ikatan antar butir akan

meningkat serta rongga-rongga (void) antar butir mengecil sehingga memudahkan proses sintering. Proses sintering merupakan proses pemadatan dengan cara pemanasan sehingga membentuk ikatan batas butir (bonding interfaces) antar serbuk. Dengan proses sintering yang dilakukan pada spesimen yang dikompaksi maka bonding interface (ikatan batas butir) dari serbuk hidroksiapatit akan lebih baik, sehingga akan didapatkan spesimen yang semakin padat dan keras.

Kemudian jika dibandingkan antara spesimen sebelum dengan sesudah sintering, dapat dilihat tingginya perbedaan nilai-nilai kekerasan dari spesimen sebelum dengan sesudah sintering. Kekerasan spesimen sesudah sintering jauh lebih tinggi daripada sebelum sintering. Diketahui bahwa sintering telah terjadi pada spesimen ini yang dipanaskan pada temperatur 14000C, sebagaimana yang telah dikatakan Kalpakjian bahwa sintering terjadi pada temperatur berkisar antara 70% sampai 90% dari temperatur leleh (Melting Point) material (Kalpakjian, 2003) sedangkan titik lebur hidroksiapatit 17600C (KOBOPRODUCTS, 2001). Proses sintering sangat mempengaruhi dalam meningkatkan nilai kekerasan, dikarenakan terjadi ikatan batas butir dari serbuk-serbuk penyusunnya akibat adanya proses pemanasan.

Lebih lanjut bahwa sintering adalah proses pemanasan pada temperatur tinggi yaitu temperatur tinggi antara 10000C-14000C yang bertujuan untuk membentuk ikatan batas butir antar serbuk penyusunnya (Suchanek dan Yoshimura, 1998). Ikatan batas butir tersebut terjadi akibat adanya pemanasan dengan atau tanpa tekanan yang mana pemanasannya dilakukan di bawah temperatur leleh partikel penyusunnya dan waktunya ditahan dalam beberapa jam. Proses terjadinya sintering bisa dilihat pada gambar 3



Gambar 3. Mekanisme Pemadatan Serbuk Dengan Proses Sintering (Barsoum, 1997)

Gambar 3 menunjukkan; (a) Tahap awal *sintering* saat terjadi kontak antar butir, (b) mendekati akhir tahap awal; terjadinya necking antar butir, (c) Tahap menengah; bentuk butir dodekahedra, saluran pori tertutup pada tepi-tepi butir, (d) Tahap akhir, pori-pori pada tepi butir tertutup sehingga bentuk butir menjadi tetra- dan oktahedron (Barsoum, 1997)

### Kesimpulan

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini adalah bahwa dengan meningkatnya tekanan kompaksi akan meningkatkan kekerasan material hidroksiapatit baik pada spesimen sebelum maupun sesudah sintering. Kemudian dengan sintering maka akan meningkatkan kekerasan spesimen dengan sangat signifikan (rata-rata 9 kali) dikarenakan terjadi ikatan batas butir (*bonding interface*) dari serbuk-serbuk penyusunnya akibat adanya proses pemanasan.

### Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih ditujukan kepada pemerintah dalam hal ini melalui Dirjen Dikti dalam program TPSDP dan Universitas Muhammadiyah Surakarta atas dukungannya dalam pelaksanaan penelitian ini.

### Daftar Pustaka

- Barsoum, M.W., (1997), "*Fundamental of Ceramics*", The Me Graw-Hill Companies, Inc, New York
- German, R., (1984), "*Powder Metallurgy Science*", second Edition, Princeton, New Jersey, USA.
- Hong, S.I., Bhatt, H., Suryanarayana, C., and Kalita, S.J., (2005), "*Synthesis of nano-size Hydroxyapatite powders by Mechanical Alloying*", American Ceramic Society, pp 33-39.
- Kalpakjian, S., (2003), "*Manufacturing Processes for Engineering Materials*", Fourth Edition, Illinois Institute of Technology, Chicago.

- Nasution, D.A., (2006), "*Fabrikasi serta Studi Sifat Mekanis dan Fisis biokeramik Hidroksiapatit (HAp) dari Kalsit Gunung Kidul*", Tesis, Sekolah Pasca Sarjana UGM, Jogjakarta.
- Sedyono, J., Tontowi, A.E. dan Ana, I.D., (2007), "*Fabrikasi dan Karakterisasi XRD Hidroksiapatit dari Gypsum Alam Kulon Progo*", Proceeding Seminar Nasional Perkembangan Riset dan Teknologi di Bidang Industri ke-13 2007, UGM, Jogjakarta
- Sedyono, J. dan Tontowi, A.E., (2008), "*Proses Sintesis dan Karakterisasi FTIR Hidroksiapatit dari Gypsum Alam Kulon Progo*", Media Mesin UMS, Surakarta
- Suchaneck, W., and Yoshimura, M., (1998), "*Processing and Properties of Hydroxyapatite-based Biomaterials for use as Hard Tissue Replacment Implants*", Journal of Material Research, Vol. 13, No. 1, Pp 94-115
- ..... (1999), "*Annual Book OF ASTM Standards*".
- ..... (2001), "*Annual Book OF KOBO Products, Inc*".