

TUGAS AKHIR - MM091381

ALTERNATIF BARU PENGEMBANGAN MATERIAL SEMEN TULANG/BONE CEMENT [CH-(C-HA)-CaCO₃-MMA] HASIL DAUR ULANG LIMBAH ORGANIK

TUTUT UMMUL HABIBAH NRP 2711 100 087

Dosen Pembimbing: Yuli Setiyorini, ST, M.Phil Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2014



FINAL PROJECT - MM091381

NOVEL APPROACHES TO THE DEVELOPMET OF BONE CEMENT [CH-(C-HA)-CaCO₃-MMA] FROM BIO WASTE MATERIALS

TUTUT UMMUL HABIBAH NRP 2711 100 087

Supervisor Lecturers: Yuli Setiyorini, ST, M.Phil Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng

MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING Faculty of Industrial Technology Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya 2014



TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik

Pada

Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S-I Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

TUTUT UMMUL HABIBAH

NRP. 2711 100 087

Disetujui olch Tim Peronicilante Pugas Akhir :

Yuli Setiyorini, S.V., M.Phil

Dr. Agung Purniawan, S.T., Mieng (pembimbing 2)

ALTERNATIF BARU PENEMBANGAN MATERIAL SEMEN TULANG/BONE CEMENT [CH-(C-HA)-CaCO₃-MMA] HASIL DAUR ULANG LIMBAH ORGANIK

Nama Tutut Ummul Habibah

NRP : 2711100087

Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi

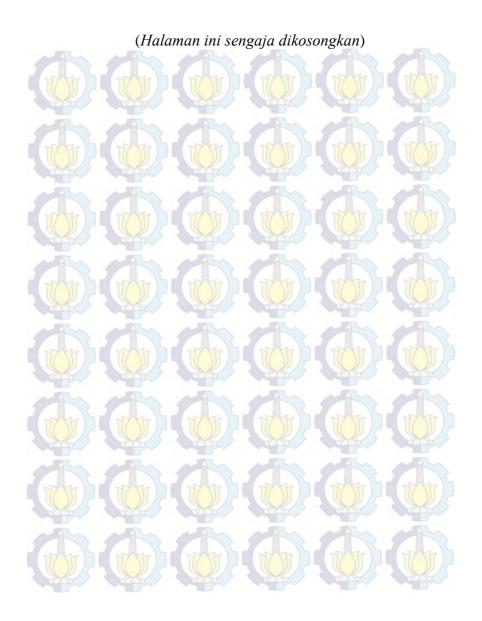
Dosen Pembimbing : Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil

Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng

Abstrak

Pengembangan semen tulang yang bersifat lebih adaptif terhadap metabolisme tubuh merupakan hal yang sangat penting dalam dunia orthopedic. Penggunaan bahan dasar semen tulang bersifat biodegradable seperti chitosan. vang karbonathidroksiapatit, dan karbonat [C-(C-HA)-CaCO₃] yang diproduksi dari limbah organik serta MMA sebagai resin merupakan suatu langkah agar proses osteeokonduksi dan osteointegrasi dapat berjalan lebih efisien. Hasil analisa menunjukkan bahwa ketiga sample C2H1K3L, C2H24K24L dan C2H3K1L memiliki nilai zona halo inhibiton lebih tinggi dari standar pada umumya (1mm) dengan panjang masing-masing sebesar 7.7mm, 14.2mm dan selain itu ketiga kandidat memiliki konduktivitas thermal yang aman bagi tubuh sebesar 0.30 mW/°C, 0.25 mW/°C, 0.30 mW/°C pada temperatur 37°C dan 0.44 mW/°C, 0.49 mW/°C, 0.40 mW/°C pada temperatur 45°C. Penambahan rasio CaCO3 akan menyebabkan semen tulang memiliki nilai kekerasan yang sesuai dengan kekerasan tulang manusia sebesar 36.84 HV (C2H1K3L) dan terbentuknya pori interkoneksi yang akan mendukung terjadinya pertumbuhan jaringan tulang secara lebih efisien.

Kata kunci : chitosan, karbonat-hidroksipatit, karbonat, MMA, semen tulang



NOVEL APPROACHES TO THE DEVELOPMET OF BONE CEMENT [CH-(C-HA)-CaCO₃-MMA] FROM BIO WASTE MATERIALS

Name : Tutut Ummul Habibah

NRP : 2711100087

Department : Materials and Metallurgical

Engineering

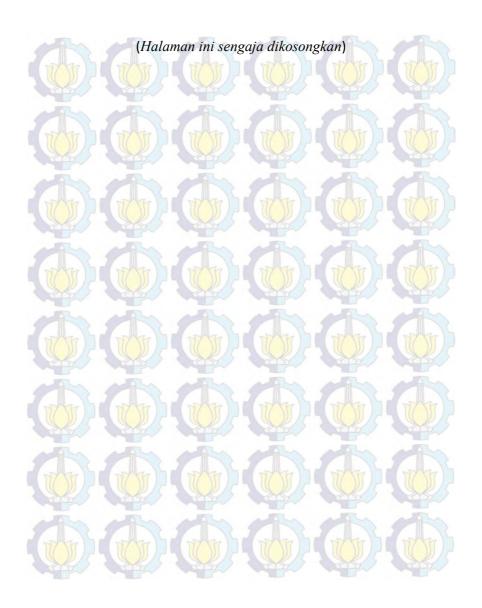
Supervisor Lecturer : Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil

Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng

Abstract

Nowadays, development in more adaptable bone cement in human body reaches the important place in orthopedic field. The usage of more biodegradable materials carbonated-hydroxyapatite, chitosan, carbonate which was produced from bio waste materials and MMA as a resin is the most potential way to lead osteointegration and osteoconduction to occurs, which could make healing and recovery process more efficient. results depicted that the three samples C2H1K3L. C2H24K24L and C2H3K1L had greater of halo inhibiton zone referred than particular standart (1mm) for 7.7mm, 14.2mm, and 7.5 mm respecively. The three candidats have lower thermal conductivity than human bone for 0.30 mW/°C. 0.25 mW/°C, 0.30 mW/°C respectively at 37°C and 0.44 mW/°C, 0.49 mW/°C, 0.40 mW/°C at 45°C. Interconnected porous and successfully mimicking bone hardness by C2H1K3L (36.84 HV) were produced by increasing ratio of CaCO₃ in composition. Generally, all the samples were promising candidates as a bone cement because of their ability to provide properties which could support for bone tissue regeneration.

Keywords: bone cement, chitosan, carbonated-hidroxyapatite, carbonate, MMA.





KATA PENGANTAR

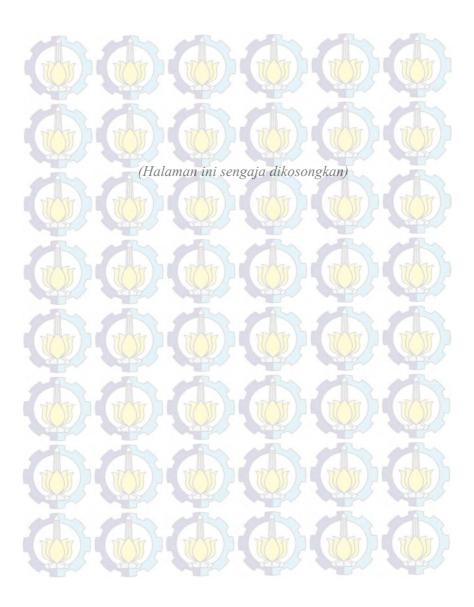
Puji syukur alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas berkat, rahmat, taufik dan hidayah-Nya, penyusunan skripsi yang berjudul "Alternatif Baru Pengembangan Material Semen Tulang/Bone Cement [CH-(C-HA)-CaCO₃-MMA] Hasil Daur Ulang Limbah Organik" dapat diselesaikan dengan baik.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penulisan ini banyak mengalami kendala, namun berkat bantuan, bimbingan, kerjasama dari berbagai pihak, kendala-kendala yang dihadapi tersebut dapat diatasi. Untuk itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada kedua orang tua penulis, Bapak Anton S. dan Ibu S. Rohmah serta kakak penulis, Eka atas kasih sayang tanpa batas yang telah diberikan, kepada Ibu Yuli Setiyorini, S.T., M.Phil. selaku pembimbing dalam tugas akhir ini yang telah dengan sabar, memberikan bimbingan yang sangat berharga kepada penulis, kepada teman-teman penulis : Irfa, Ramzy, Diana, Anggun, Stella, Sylwia, Rasha, Stefan, Epri atas dukungan dan senyum yang tiada henti.

Surabaya, Januari 2015







Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



DAFTAR ISI

	AN JUDUL	i
LEM BA	R P <mark>ENG</mark> ESAH <mark>AN</mark>	iii
ABSTRA	AK	V
KATA P	ENGANTAR	ix
DAFTA	R ISIME	xi
DAFTAI	R GAMBAR	xiii
DAFTA	R TABEL	XV
	And the state of t	
BAB I	PENDAHULUAN	
	1.1 Latar Belakang	1
	1.2 Perumusan Masalah	2
	1.3 Batasan Masalah	2
	1. <mark>4 Tu</mark> juan Pe <mark>nelit</mark> ian	3
	1.5 Mamaat Penentian	3
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA 2.1 Semen Tulang	5
BAB II		5 9
BAB II	2.1 Semen Tulang	
BAB II	2.1 Semen Tulang	
BAB II	2.1 Semen Tulang	9
BAB II	2.1 Semen Tulang	9
BAB II	2.1 Semen Tulang	9 11 13
BAB II	2.1 Semen Tulang	9 11 13 14 17
BAB II	2.1 Semen Tulang	9 11 13 14 17 18
BAB II	2.1 Semen Tulang	9 11 13 14 17
BAB II BAB	2.1 Semen Tulang	9 11 13 14 17 18
	2.1 Semen Tulang	9 11 13 14 17 18



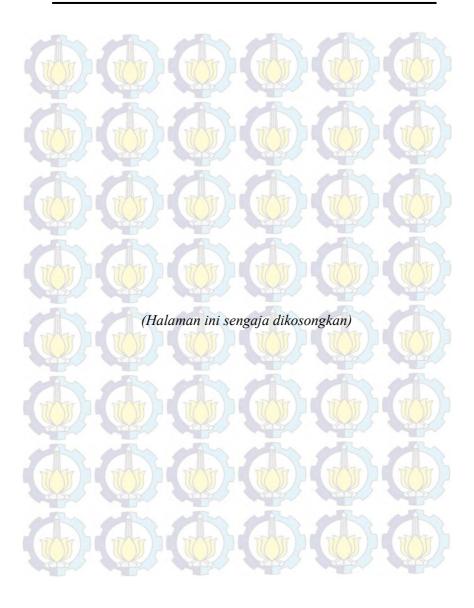
	3.3 Analisa dan Karakterisasi	28
	3.4 Diagram Alir Penelitian	31
	3.5 Rancangan Penelitian	33
BAB	ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	
IV	4.1 Analisa Komposisi Kimia	37
	4.2 Analisa Gugus Fungsi	39
	4.3 Analisa Morfologi Semen Tulang	40
	4.4 Analisa Penyebaran Unsur Kimia Dalam	
	Semen Tulang.	46
	4.3 Analisa Sifat Thermal Semen Tulang	57
	4.3 Analisa Kekerasan Semen Tulang	61
	4.3 Analisa Sifat Anti Bakteri	62
BAB V	KESIMPULAN	
	5.1 Kesimpulan	54
	5.2 Next Step Research	54
	all all all all a	A
	R PUSTAKA	xvi
LAMPIR	AN A	xvii
	A PO PO PO	
1		



DAFTAR TABEL

	DAFTAR TABEL	
	TO STATE STATE	Halaman
Tabel 2.1	Properties Semen Tulang	5
Tabel 2.2	Properties Tulang Manusia dan	
	Komersial Produk	7
Tabel 2.3	Komposisi Semen Tulang Komersial	8
Tabel 2.4	Aplikasi Chitosan	15
Tabel 2.5	Metode Penggunaan Apatit dalam	
	Semen Tulang	19
Tabel 2.6	Semen Tulang Komersial dan Efek	25
	yang Ditimbulkan	23
Tabel 3.1	Rasio Komposisi Penelitian	32
Tabel 3.2	Rasio Komposisi Material Semen	
	Tulang	34
Tabel 4.1	Jumlah Wt% setiap Unsur Penyusun	
	pada Sample Semen Tulang	49
Tabel 4.2	Konduktivitas Thermal Semen	
	Tulang	59
Tabel 4.3	Data Kekerasan Semen Tulang	61
Tabel 4.4	Panjang Zona Hambat	62
13/1/1		
1	non m	
The same of the		





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Chitin	10
Gambar 2.2 Struktur Polimorfi	11
Gambar 2.3 Chitosan	14
Gambar 3.1 FTIR Raw Material	26
Gambar 3.2 XRD Raw Material	27
Gambar 3.3 Diagram Alir Penelitian	33
Gambar 4.1 Hasil Pengujian XRD terhadap Sample	
Semen Tulang	37
Gambar 4.2 Hasil Pengujian FTIR terhadap Sample	
Semen Tulang	39
Gambar 4.3 Morfologi Permukaan Semen Tulang C6L,	
H6L, K6L	41
Gambar 4.4 Morfologi Penampang Melintang Semen	
Tulang C6L, H6L, K6L	42
Gambar 4.5 Morfologi Permukaan Semen Tulang	
C2H1K3L,C2H24K24L,C2H3K1L	44
Gambar 4.6 Morfologi Penampang Melintang Semen	
Tulang C2H1K3L,C2H24K24L,C2H3K1L	45
Gambar 4.7 Kuantitas Element dalam Semen Tulang	
(kontrol) C6L, H6L, K6L Kuantitas	47
Gambar 4.8 Element dalam Semen Tulang	45
C2H1K3L,C2H24K24L,C2H3K1L	48
Gambar 4.9 Penyebaran Unsur C dalam sample semen	
Tulang C6L, H6L, K6L	50
Gambar 4.10 Penyebaran Unsur C dalam sample semen	25
Tulang C2H1K3L,C2H24K24L,C2H3K1L	50
Gambar 4.11 Penyebaran Unsur O dalam sample semen	
Tulang C6L, H6L, K6L	52
Gambar 4.12 Penyebaran Unsur O dalam sample semen	
Tulang C2H1K3L,C2H24K24L,C2H3K1L	52
Gambar 4.13 Penyebaran Unsur P dalam sample semen	



	Tulang C6L,	H6L, K6L		54	
Gambar 4.14 Penyebaran Unsur P dalam sample semen					
	Tulang C2H1K3L,C2H24K24L,C2H3K1L				
Gambar 4.15		Jnsur Ca dalam	sample semen		
-	Tulang C6L,			56	
Gambar 4.16		Jnsur Ca dalam		The state of the s	
		1K3L,C <mark>2H2</mark> 4K2		56	
Gambar 4.17		C Semen Tulang		58	
Gambar 4.18		A Semen Tulang		61	
Gambar 4.19		Pembentukan			
	Inhibiton	Oleh	Semen		
	Turang			64	
4			0		
3853	25	5			
				750	
-					
			1000		
			1	Pho	



BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pengalaman dalam operasi penyambungan dan penggantian tulang, penelitian menggunakan analisa teoritikal (matematis, analitis dan metode elemen hingga) dan eksperimental (in vivo, in vitro) telah memberikan pengaruh yang sangat signifikan terhadap perkembangan semen tulang dewasa ini. Semen tulang memiliki fungsi utama sebagai material interface antara logam implant untuk dengan tulang mentrasmisikan dan serta yang terjadi padanya. mendistribusikan beban tubuh Sebagai dasar pertimbangan terhadap konsumsi semen tulang di dunia, setidaknya ada sekitar 200.000 operasi penggatian total tulang panggul yang dilakukan setiap tahunnya, 10 % dari jumlah tersebut akan mengalami operasi lanjutan untuk penanganan kegagalan yang terjadi secara prematur. Hal ini menjadi salah satu indikator betapa pentingnya penelitian dan pengembangan lebih lanjut terhadap semen tulang perlu dilakukan.

Akhir dekade ini, telah banyak dilakukan penelitian untuk mengembangkan semen tulang dengan sifat yang lebih adaptif terhadap tubuh. Salah satu dari sekian banyak penelitian tersebut adalah yang difokuskan terhadap kemampuan terdegradasi dalam tubuh seperti yang difokuskan pada penelitian kali ini yang dilakukan dengan mencampur material biodegradable (hidroksiapatit, karbonat dan chitosan) dengan methylmetacrylate (MMA) melalui beberapa rasio yang telah dipersiapkan.



Dari penelitian ini diharapkan dapat diketahui komposisi dan sifat yang paling efektif untuk menghasilkan semen tulang dengan sifat yang kompatibel dan terdegradasi dengan baik dalam tubuh, selain itu data — data dari penelitian ini diharapkan menjadi referensi yang relevan terhadap penelitian selanjutnya.

1.2 Perumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah

1. Bagaimana pengaruh variasi komposisi terhadap sifat fisik dan biocompatibility pada hasil semen tulang yang telah dibuat ?

1.3 Batasan Masalah

Agar diperoleh hasil akhir yang baik dan sesuai dengan yang diinginkan serta tidak menyimpang dari permasalahan yang ditinjau, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- 1. Tidak ada pengaruh dari lingkungan sekitar
- 2. Material yang digunakan [chitosan-(karbonat-hidroksiapatit)-karbonat] dianggap homogen
- 3. Ukuran sample semen tulang dalam pengujian anti bacterial test dianggap sama
- 4. Uk<mark>uran</mark> sample dalam pengujian ha<mark>rdne</mark>ss dianggap sama

1.4 Tujuan Penelitian

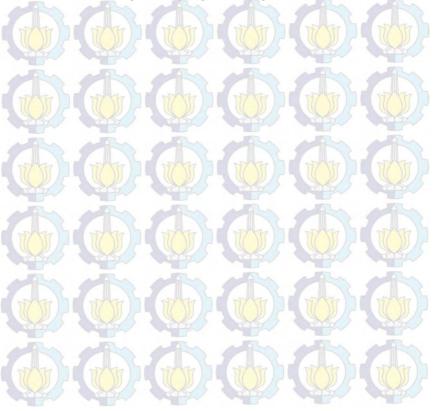
Tujuan dari diadakannya penelitian ini adalah:

 Menganalisa pengaruh variasi komposisi terhadap sifat fisik dan biocompatibility yang terjadi pada semen tulang yang dibuat.

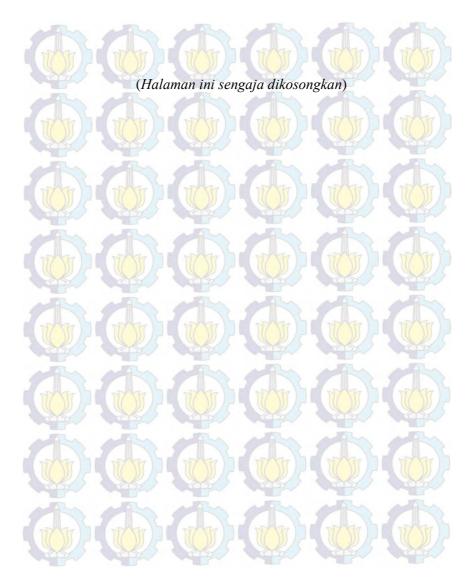


1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat untuk menghasilkan produk semen tulang berpotensi digunakan dalam dunia medis dan memberikan kontribusi di bidang industri medis mengenai teknologi penciptaan semen tulang yang bersifat kompatibel terhadap tubuh. Dengan adanya penelitian ini diharapkan dapat menambah wawasan mengenai bahan baku di bidang medis yang aman bagi tubuh.









BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semen Tulang

Semen tulang merupakan suatu bahan yang digunakan untuk melekatkan dan melakukan fiksasi antara prosthesis dan tulang sebagaimana mekanisme dalam pengikatan prosthesis pada implant. Pada dasarnya semen tulang konvesional terdiri dari dua bagian yang berbeda: (1) serbuk, didalamnya termasuk pre-polymerized methylmethacrylate (PMMA) dan inisiator (benzoyl peroksida) dan (2) liquid, didalamnya termasuk monomer methylmetacrylate (MMA) dan inisiator (Nien, 2011). Kesuksesan aplikasi semen tulang dalam tubuh juga akan dipengaruhi oleh lingkungan dimana ia akan ditempatkan, pada umumnya tulang sebagai media pengaplikasian semen tulang memiliki properties seperti yang terdapat pada tabel 2.1.

Tabel 2.1: properties tulang

Properties	Test direction		
	Parallel	Normal	
Tensile strength (MPa)	124 – 174	49	
Compressive strength (MPa)	170 – 193	133	
Bending strength (MPa)	160		
Shear strength (MPa)	54		



Young's modulus (GPa)	17 – 18.9	11.5
Work of fracture (J/m²)	6000 (low strain rate)	(1)- (1)
Ultimate compressive strain	0.0185 – 0.026	0.028

(sumber: j. Biomaterials, aging and thermal effects of fleshed and defleshed bones, 2010)

Sedangkan untuk sifat kekerasan pada tulang dan semen tulang komersial yang berada dipasaran ditunjukkan oleh tabel 2.2

Tabel 2.2: properties tulang manusia dan komersial produk

Sample	Nilai kekerasan (HV)
wet cancelous bone	32.9
Dry cancellous bone	35.1
Embedded cancellous bone	44.6
Cemex Rx	31.0

(sumber: j. Biomaterials, aging and thermal effects of fleshed and defleshed bones, 2010)

Kebanyakan semen tulang komersial mengandung kalsium pospat, kalsium pospat ini digunakan untuk memproduksi apatit pada semen yang akan dibuat. Pada semen tulang jenis ini, biasanya ditemui masalah berupa kekuatan tensile yang cukup



rendah. Kekuatan ini lebih rendah daripada tulang, gigi maupun keramik kalsium orthopospat itu sendiri, selain itu maslah kegetasan juga akan menjadi masalah yang perlu mendapat perhatian khusus karena akan menimbulkan efek cacat dalam non-load bearing maupun compression loading. Mechanical properties dari semen tulang biasanya dipengaruhi oleh hal-hal berikut:

- 1. Porositas
- 2. Ukuran dan distribusi ukuran dari penyusunnya
- 3. Berat molekul unsur penyusunnya
- 4. Proses sterilisasi yang dilakukan
- 5. Jenis dan jumlah dari zat aditif yang ditambahkan

kesuksesan dalam peningkatan mechanical properties akan membuat semen dari kalsium pospat dapat diaplikasikan secara signifikan, hal ini dapat dicapai dengan salah satu cara yaitu membuat material komposit. Fase kedua yang ditambahkan pada komposit kalsium pospat dapat berupa polymer sebagai poros matriks maupun serat penguat. Kekuatan dari semen dapat ditingkatkan dengan metode seperti ini, namun biopolymer yang digunakan biasanya bersifat kurang ulet, rigid dan kurangnya mechanical properties untuk diaplikasikan pada keadaan pembebanan (Kruger, 2012). 4 contoh semen komersial dengan propertiesnya tersaji dalam tabel di bawah ini:



tabel 2.3 : komposisi semen tulang komersial

	Cemex Isoplastic	Palacos R	Smarset GHV	DePuy CMW1
Liquid		Torres .	Town .	
Total liquid (g)	13.30	18.78	18.88	18.88
Methyl metacrylate (% w/w)	99.10	97.98		
N-N dimethyl-p- toluidine (%w/w)	0.90	2.02	≤ 2.5	≤ 1.5
Hydroquinone (ppm)	75.00	60.00	75.00	76.00
Powder		1		1
Total powder (g)	40.00	40.00	40.00	40.00
Methyl metacrylate (%w/w)	84.30	84.50	80.45	98.5
Berilium sulphate (%w/w)	13.00			9.1
Zirconium dioxide (% w/w)		15.00	14.37	



Benzoyl peroxide(%w/w)	2.70	0.50	0.96	2.05
Powder – liquid	3.10	2.13	2.13	2.13
ratio	1		M	1

(sumber: j. Biomaterials, Ageing and moisture uptake in polymethyl metacrylate (PMMA) bone cement, 2014)

Dengan melihat komposisi yang ada, rata-rata semen tulang komersial merupakan jenis semen akrilik, hal ini dikarenakan semen akrilik lebih mudah terikat pada jaringan tulang, lebih aman dengan tingkat toksisitas yang lebih rendah dan akan memberikan efek terbentuknya suatu ikatan antara semen dengan jaringan tulang yang ditempati.

2.2 Chitin

Chitin merupakan homopolisakarida yang keberadaanya kedua terbanyak di alam setelah selulosa, chitin sendiri memiliki rumus kimia (-C₈H₁₃O₅N-)n yang merupakan bentuk pengulangan dari monomer disacharida acetylglucosamine. Monomer ini terdiri dari sejumlah β (1-4) yang terikat pada residu N-acetyl-2-amino-2-deoxy-D-glucose (dikenal sebagai residu A) dan residu 2-amino-2-deoxy-D-glucose (dikenal sebagai residu D). Struktur kimia dari chitin ditunjukkan pada gambar dibawah ini (gambar 2.1).

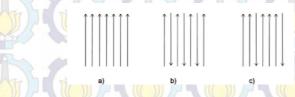


Gambar 2.1: chitin

Secara umum terdapat tiga kelompok chitin, yaitu : α-chitin, β-chitin dan γ-chitin. α-chitin merupakan chitin yang keberadaannya paling melimpah, dapat dijumpai pada fungi, krill, tendon, kerangka luar dari lobster dan kepiting, kutikula serangga dan bermacam – macam biota laut, chitin jenis ini mempunyai struktur orthorombic yang sangat rapat yang terbentuk dari perubahan susunan rantai antiparallel (Minke dan Blankwell, 1978), rantai polimorfinya tersusun dalam arah yang sama pada sebuah bidang; β-chitin kebanyakan ditemukan pada protein dari cumi-cumi, cacing vestimetiferan, rumput laut dan beberapa jenis protozoa, memiliki struktur kristal monoclinic dengan rantai polysaccharida yang tertambat secara paralel (Gardner dan Blankwell, 1975). struktur polimorfinya berupa rantai-rantai yang memiliki arah yang berlawanan arah dan



bentuknya terulang setiap dua rantai, chitin jenis ini identik dengan kandungan protein yang tinggi namun memiliki kadar karbonate yang rendah; γ -chitin memiliki struktur kombinasi berupa penggabungan dari struktur α dan β (Robert, 1992), dengan struktur polimorfi berupa tiga rantai memiliki arah yang sama dan berlawanan arah denga dua rantai disebelahnya (Aranaz et al, 2000). Adanya perbedaan Skema dari ketiga struktur diatas ditampilkan dalam gambar ini (gambar 2.2)



Gambar 2.2 : struktur polimorfi dari a) α-chitin, b) β-chitin dan c) γ-chitin

Setiap jenis dari chitin yang dipaparkan diatas memilik karakteristik masing-masing, namun secara umum chitin berwarna putih, bersifat keras, inelastic serta digolongkan ke dalam nitrogenous polysaccharida (Long,2013). Dengan adanya jumlah gugus residu D yang lebih sedikit, membuat chitin akan memiliki sifat susah larut dalam sejumlah pelarut tertentu, hal inilah yang menajdi dasar mengapa perlu dilakukan transformasi dari chitin menjadi chitosan.

2.1.1 Aplikasi Chitin Dalam Semen Tulang

Dalam dunia medis chitin kebanyakan digunakan sebagai bahan anti bakteri dengan cara meningkatkan perlindungan secara biologis, selain itu chitin juga dapat digunakan sebagai bahan yang mempercepat proses penyembuhan luka. Ge dkk



menggunakan chitin dengan campuran apatit sebagai bahan untuk membuatan semen tulang, Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah *freeze-drying* dan pengkombinasian hidroksiapatit-chitin dengan berbagai variasi massa. Dalam melakukan penelitian ini, hidroksiapatit didispersikan dalam larutan LiCl / DMAc, diikuti dengan penambahan chitin, campuran ini kemudian diaduk dalam refrigerated shaking selama 4 hari pada 10°C, lalu dicetak dalam cetakan plastik dan dibiarkan dalam udara terbuka selama 24 – 36 jam untuk mendapatkan struktur seperti gel. Hasil yang didapatkan menyatakan bahwa kombinasi dari hidroksiapatit – chitin telah memberikan lingkungan yang sangat cocok untuk osteoblas agar tertambat, berpindah dan berkembang (Ge, 2004).

Berbeda dengan yang dilakuka oleh Okamoto ddk, Chitin - NFW dapat digunakan sebagai material untuk filling agent dalam kasus surgical filling defect.. tinnginya tensile strength merupakan salah satu sifat yang dimiliki oleh produk ini sehingga sangat sesuai untuk diaplikasikan pada tulang. Selain itu ada Chitin-sponge yang juga merupakan material untuk mengisi bone defect, chitin jenis ini dibuat dengan metode sabagai berikut: melarutkan chitin dalam air dengan rasion 15% (w/v) dan dibekukan pada temperature -20°C. Setelah itu dilakuka proses freeze drying selama 24 jam untuk menghasilkan struktur menyerupai sponge. Proses sterilisasinya dilakukan menggunakan gas oxy ethylene selama 12 jam pada temperature 60°C. Metode lain yang dapat digunakan dalam pengaplikasian chitin adalah chitin-cotton dimana metode ini memiliki langkah-langkah sebagai berikut : melakukan sumber chitin pulverisasi pada vang didapat dengan menggunakan ACM pulverizer 10 selama 25 menit pada 6800



rpm denga arus sebesar 24 A, setelah proses ini selesai akan dihasilkan tekstur yang mirip dengan kapas dengan specific gravity sebesar 0.05 – 0.13 g/cm³ dan dengan panjang serat 0.1 – 0.8 mm serta lebar 120 um. Selanjutnya chitin – cotton ini akan melewati proses sterilisasi menggunakan gas oxy ethylen selama 12 jam pada temperature 60°C (Shigemase dan Minami, 1992).

penggunaan chitin dalam produk semen tulang sangat jarang, hal ini dikarenakan sifat susah larut yang dimiliknya. Selain itu proses yang dibutuhkan untuk membuat chitiin dapat diaplikasikan pada tulang membutuhkan banyak tahapan seperti metode metode yang diungkapakan di atas. Oleh karena itu kebanyakan semen tulang menggunakan campuran apatit dengan chitosan, karena chitosan memiliki sifat mudah larut yang lebih baik daripada chitin.

2.3 Chitosan

Chitosan merupakan produk turunan dari chitin yang diproduksi dengan proses deacetylation. Chitosan memiliki struktur kimia yang terdiri dari dari β-(1,4)yang terikat pada 2-acetamino-2-deoxy-β-D-glucopyranose dengan 2-amino-2-deoxy-β-D-glucopyranose (Marthur dan Narang, 1990) yang ditunjukkan pada gambar 2.3 di bawah ini.



Gambar 2.3 : chitosan

Berbeda dari chitin, chitosan memiliki kemampuan untuk dapat larut dalam sebagian besar jenis pelarut, khusunya acidic aqueous. Dalam acidic aqueous, chitosan bertindak sebagai cationic polielektrolit (Sun dan Fernandez, 2004). Kelarutan dari chitosan tidak saja dipngaruhi oleh derajat deasetilasinya, namun juga dapat dipengaruhi oleh distribusi dari gugus asetil yang berada pada sepanjang rantai utama (Eguchi, 1997). Selain itu ketika Gugus amino dari chitosan memiliki Pka 6.5 akan membuat chitosan memiliki sifat larut dalam air karena dengan keadaan Pka seperti itu akan mendorong chitosan mengalami proses protonation dalam larutan dengan PH asam sampai netral (Shanmuka et al,2012).



chitosan memiliki karakteristik sebagai berikut : tingginya biocompatibility yang ditunjukkan oleh mekanisme in vitro pada sel myocardial, endhotelial dan ephtalial, fibroblas, hepatocyte, condrocyte dan keratinocyte, biodegradability, nontoxicity, hydrophilic macromolecule drug carrier, media yang paling efektif untuk drug delivery dengan target otak, Transdermal film, antimicrobial, analgesik dan hyperlipidemic. Karakteristik dari chitosan ini tergantung pada molecular weight dan viskositas yang dimilikinya.

2.3.1 Aplikasi Chitosan dalam Semen Tulang

Chitosan memiliki peran yang sangat dominan dalam pembuatan semen tulang karena sifat anti bakteri , biodegradable , poros agent serta kelarutan yang lebih baik daripada chitin. Metode – metode penggunaan chitosan dalam pembuatan semen tulang sangat beraneka ragam seperti yang terangkum dalam tabel dibawah ini ,

Tabel 2.4 : aplikasi chitosan

Author	Komp <mark>osisi</mark>	Metode	Aplikasi	Hasil
Zhang dkk,	Chitosan, HA, air	Metode freeze-drying	Bone repair	Secara in vitro, Adanya sel osteoblas pada
2012				permukaan composite yang telah dibuat
Tan	Komersial	Quartenize	Arthroplasty,	Hydrophilicity
dkk,	semen	chitosan loaded	mencegah	yang tinggi,



2012	tulang, gentamicin, chitosan, GTMAC,	bone cement	infeksi, koreksi tulang	mencegah terjadinya lapisan biofilm, , adanya jaringan baru yang terikat secara kuat pada permuakaan semen tulang
Moham ed dkk, 2014	HA, chitosan, gelatin	In vitro	Bone graft material	Adanya lapisan apatit yang terbentuk pada permukaan komposit yang dibuat
Danil chenko dkk, 2009	HA, chitosan, salts	One step copreicipitation	Bone tissue engineering	Adanya jaringan tulang baru yang masuk pada poros
Fuentes dkk, 2005	Semen HA, chitosan, alginate, gypsum	Menguji pengaruh komposisi terhadap porositas dan setting time	Bone tissue engineering	Adanya penggantian asam succinic oleh asam mallic, adanya porositas yang lebih besar pada kombinasi semen type Q



Kebanyakan chitosan yang digunakan dalam beberapa metode di atas melalui proses purifikasi yang bertahap dengan menggunakan bahan kimia untuk mendapatkan derajat deasetilasi yang tinggi, dalam penelitian kali ini penggunaan bahan kimia sangat dihindari karena berbagai macam efek yang akan ditimbulkan nantinya. Selain itu metode – metode yang digunakan untuk mengkombinasikan chitosan dengan material lain sangat beranekan ragam, metode – metode seperti yang dipaparkan diatas memiliki tahapan yang sangat panjang dan waktu proses yang cukup lama, oleh karena itu metode yang digunakan dalam penelitian ini bersifat sederhana yaitu mencampurkan chitosan dengan pelarutnya biasa lalu ditambahkan kedalam larutan chitin dan dibuat dengan berbagai rasio sebagai bahan untuk analisa yang lebih teliti.

2. 4 Apatit

Apatit merupakan jenis dari biokeramik yang paling banyak digunakan dalam dunia medis. Rumus umum dari apatit adalah Ca₁₀(PO4)₆X₂ dimana X dapat digantikan oleh F (flourite, Fap), OH (Hidroksiapatit, OHAp) maupun Cl (kloroapatit, ClAp). Kisi-kisi dari apatit sangatlah toleran terhadap adanya proses subtitusi, vakansi maupun mekanisme larutan padat (solid solution). Sebagai contoh X dapat digantikan oleh ½CO3 or ½O; Ca oleh Sr, Ba, Pb, Na atau vakansi, dan O4 oleh HPO4, AsO4, VO4, SiO4 atau CO3. Mineral dari tulang dan gigi merupakan contoh dari OHAp yang tidak murni, tingkat kemurnian dari apatit ditentukan oleh rasio mol Ca/P (1.6 sampai 1.7, OHAp memiliki rasion Ca/ P 1,66), kadar dari CO dan air (Elliot, 1994).



Akhir-akhir ini perhatian mulai ditujukan pada material apatit, karena apatit memiliki sifat psikokemikal, stabilitas thermal, dan biokompatibiliti yang membuatnya cocok untuk diaplikasikan dalam bidang biomedik (Nasaruju et al, 1996). Penggunaan dari apatit yang berhunbungan dengan biomaterial utamanya berfokus pada subtitusi tulang dan semen tulang (Ono et al, 1990). Akhir-akhir ini fokus penelitian pada apatit telah dikembangankan sampai pada bidang regenerasi tulang dan sistem pengiriman obat (drug delivery system) (Komleva et al, 2002).

Untuk mengembangkan apatit, hal yang peru diperhatikan terlebih dahulu adalah memahami tentang proses biomenaralisasi secara natural yang terjadi pada tulang. Biomineralisasi pada tulang terbagi dalam tiga bagian, yaitu (Uddin dkk, 2010):

- 1. Diferensiasi osteogenik dari stem sel mesenchymal (MSCs)
- 2. Pengaturan protein matriks hasil sekresi osteoblas
- 3. Nukleasi dan pertumbuhan kristal dari apatit

Dengan mengetahui prinsip-prinsip biomineralisasi tulang diatas, penelitian terhadap metode- metode yang akan digunakan untuk memproduksi apatit akan jauh lebih mudah. Karena dasar dari pertumbuhan dan perkembangan tulang telah dikuasai. Dengan segala potensi yang dimiliknya, apatit merupakan material yang akan sangat berguna kedepannya.

2.4.1 Aplikasi Apatit dalam Semen Tulang

Telah banyak metode yang dikembangkan untuk menjadikan apatit sebagai bahan yang sangat penting dalam



pembuatan semen tulang, Berbagai cara dalam mengkombinasikan apatit dengan bahan lain untuk membentuk semen tulang terangkum dalam tabel dibawah ini.

Tabel 2.5 metode penggunaan apatit dalam semen tulang

Author	Komposisi	Metode	Aplikasi	Hasil
Basgorenay , 2004	MMA, DMPY, PMMA, HA	Impregnation of HA	Sementulang	Meningkatan ya mechanical properties dan biokompatibi liti
Tan, 2012	Gentamicin, PMMA, HA,	Quartenized chitosan loaded PMMA	Sementulang	Terhambatny a pertumbuhan dan pembentukan biofilm, poliferasi sel yang lebih baik
Pineda dkk, 2014	HA, aseton, methanol, asam asetic, silane-174, MMA,	Silanization process,	Semen tulang	Meningkatny a mechanical properties



	DMPT, BPO			
Fuentes dkk, 2005	HA, chitosan, Alginate, gypsum, potassium pospat, kalsium oksida	Membandingkan beragam variasi bahan yang dimasukkan dalam semen tulang	Sementulang	Meningkatny a mechanical properties dan meningkatny a setting time yang dibutuhkan
Zhang dkk, 2012	Chitosan, HA, water	Freeze drying	Bone repair	Ukuran poros yang dibutuhkan dan distribusinya telah cukup untuk perbaikan tulang
Danil chenko dkk, 2009	NaH2PO4, CaCl1,asam asetic, chitosan	One step coprecipitation	Bone repair dan tissue engineering	Osteokonduk tivitas yang bagus, adanya poros dengan ukuran yang sesuai dan



mekanisme biodegradasi

Dalam paparan di atas, jenis apatit yang paling banyak digunakan adalah hidroksiapatit. Hal ini terjadi karena sifat yang dimiliki hidroksiapatit yang dapat mendukung fungsi dari semen tulang yang dibuat, sifat - sifat tersebut anatara lain memiliki komposisi mineral secara kimiawi mirip dengan gigi dan jaringan tulang pada mamalia, material bioaktif. osseointegration stimulan dan biocompatible. Beraneka ragamnya metode yang digunakan dalam pengaplikasian apatit dalam semen tulang akan menghasilkan sifat yang berbeda pula, seperti yang dilakukan oleh Pineda dkk, disini apatit yang digunakan dimasukkan kedalam semen tulang bersama bahan dengan metode lain silanization, metode ini membutuhkan banyak tahapan dan menggunakan bantuan bahan kimia yang cenderung mempunyai struktur lebih kompleks, dengan penggunaan bahan kimia yang bermacam – macam akan mambuat biaya yang dikeluarkan akan semakin mahal, hal ini akan berpengaruh pada nilai jual produk jika dipasarkan. Berbeda dengan yang dilakukan oleh Funetes dkk, penelitian yang mereka lakukan menggunakan apatit dengan cara mencampurkannya dengan bahan-bahan kimia yang memiliki struktur lebih sederhana namun dengan macam yang lebih banyak dari yang digunakan oleh Pineda dkk, metode yang digunakan cukup mudah yaitu dengan memasukkan kombinasi dari berbagai macam bahan dasar yang ada dengan berbagai rasio yang telah ditentukan ke dalam rancangan semen tulangnya, setelah itu dilakukan pengukuran mechanical



properties terhadap beberapa sampel semen tulang yang telah dibuat.

Data mechanical properties ini akan menjadi acuan sebagi penentu mana variasi rasio bahan yang sesuai dengan kebutuhan tulang yang ada. Dalam penelitian ini, dikembangkan metode yang sama dengan yang dilakukan Fuentes dkk, yaitu dengan memasukkan kandungan apatit yang dikombinasikan dengan hidroksiapatit ke dalam rancangan semen tulang dengan berbagai rasio, apatit yang digunakan berasal dari limbah kulit telur dan tulang sapi dengan proses kalsinasi menggunakan gelombang mikro dan tanpa menggunakan bahan kimia. Secara tidak langsung penggunaan apatit jenis ini akan lebih aman karena sama sekali tidak menggunakan bahan kimia dalam proses produksinya

2.5 Semen Tulang Komersial

Dari beberapa penelitian tentang semen tulang komersial yang sudah ada, menunjukkan adanya mayoritas kandungan bahan kimia yang kompleks dan adanya efek samping saat semen tulang diaplikasikan, salah satu fek samping yang timbul adalah munculnya kerusakan pada sisi antar muka semen tulang dengan implant seperti yang terangkum di bawah ini:



Tabel 2.6: semen tulang komersial dengan efek samping yang ditimbulkannya

No	Merek	Komposisi	Keterangan
	Simplex P	PMMA,MMA, BaSO ₄ , DMPT, HQ	Permukaan semen tulang jenis ini akan sangat mudah rusak jika berada pada antar muka semen tulang dengan implant
	Palacos R	PMMA, BPO, ZrO ₂ , C, MMA, DMPT, HQ	Permukaan semen tulang yang berada pada sisi antar muka dengan implant mengalami kerusakan yang memicu terjadinya kegagalan dan inflamasi
3	CMW 3	PMMA, BPO, BaSO ₄ , MMA, DMPT, HQ	Permukaan semen tulang yang berada pada sisi antar muka dengan implant mengalami kerusakan yang memicu terjadinya kegagalan dan inflamasi
4	Cemex	MMA, DMPT, HQ, PMMA,	Pertumbuhan crack akan sangat mudah



	isoplastic	BaSO ₄ , BPO	terjadi pada semen
			jenis ini ketika
7			dilaku <mark>kan aging pada</mark>
35			larutan Ringer's, difusi
	1	A A	poros tidak terjadi
THE	W. W.	DATE DATE	secara maksimal,
	7 3 2 7		terjadi banyak sekali
			surface imperfection

BPO - benzoylperoxide: C-chlorophyll: DMPT - dimethyl para toluidine: HQ- hidroquinone: MMA- methyl meta crylate : PMMA - polymethyl meta chrylate.

Dapat dilihat pada tabel diatas bahwa mayoritas semen tulang yang berada di pasaran merupakan semen tulang hasil sintesa dari bahan kimia , bahan – bahan kimia yang digunakan akan tetap memiliki resiko dalam tubuh walaupun telah diaplikasikan menurut standar kesehatan yang ada, resiko – resiko tersebut dapat berupa peradangan / inflamasi sampai pada kegagalan implant yang telah ditanam. Untuk itu sintesa semen tulang dengan bahan yang lebih alami dan mampu beradaptasi terhadap sistem metabolisme tubuh seperti chitosan yang diperoleh dari limbah kulit udang, karbonat-hidroksiapatit yang diolah dari limbah tulang sapi serta karbonat dari limbah kulit telur memiliki nilai potensial yang sangat besar untuk dikembangkan. Serta penggunaan bahan kimia dengan jumlah dan jenis yang sedikit akan sangat mengurangi dampah trjadinya proses toksisitas dalam tubuh.



BABIII

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan Percobaan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

- Karbonat-hidroksiapatit, home made dari limbah tulang sapi dengan kadar kemurnian 97% dan rasio Ca/P sebesar 1.68.
- Chitosan, home made diproduksi dari limbah kulit udang dengan derajat deasetilasi (DD) sebesar 78,5 % dan densitas sebesar 1,313 gram/cm³
 - Kalsium karbonat, home made diproduksi dari limbah kulit telur dengan rasio Ca:C:O sebesar 1:1:3 dan derajat kemurnian sebesar 99%
- Resin merupkan campuran yang terdiri dari Methyl methacrylate (MMA) dengan molecular weight sebesar 100.12 g/mol, water solubility sebesar 15 g/l dan densitas sebesar 0.936g/cm³. Yang berperan sebagai diluent. Bisphenol A dimethacrylate berperan sebagai inisiator dari benzoyl peroxide, memiliki molecular weight sebesar 364.43 g/mol. Ethylene glycol dimethacrylate (EgDMA) berperan sebagai crosslinker, memiliki molecular weight sebesar 1.052 g/cm³ dan water solubility sebesar 5 g/l. N,N-dimethyl-p-toluidine (DMPT) berperan sebagai activator memiliki molecular weight



sebesar 135.21 g/mol. Benzoyl peroxide berperan sebagai *inisiator* yang memiliki molecular weight sebesar 242.23 g/mol. Keseluruhan material resin ini diproduksi oleh Sigma Aldrich Singapore.

Untuk membantu analisa pada hasil uji semen tulang, maka digunakan data FTIR dan XRD raw material pada lampiran E dan F.

3.2 Peralatan

Adapun peralatan yang digunakan pada penelitian kali ini antara lain:

Crucible

Crucible dan castable yang dipakai terbuat dari semen tahan api dengan spesifikasi HCR 18 yang memiliki sifat tembus terhadap gelombang mikro.

Microwave

Adapun spesifikasi dari microwave yang digunakan adalah sebagai berikut: model: LMV1683ST, SKU: 4844785,1000 watts of power, IntuiTouch controls, 10 power levels, add 30 seconds feature, one-touch settings, time and auto defrost, 2-speed fan, carbon-coated removable charcoal filter.

Timbangan Analitik

Penimbangan bahan chitosan dan apatit dilakukan menggunakan timbangan digital karena tingkat akurasinya yang tinggi.



Anaerob jar

Penyimpanan cawan dengan media broth (nutrien agar) yang telah diberi bakteri dilakukan dalam anaerob jar denga tujuan untuk menciptakan lingkungan sesuai dengan lingkungan bakteri yang datang.

3.3 Analisa dan Karakterisasi

XRD

XRD yang digunakan dalam penelitian ini memiliki spesifikasi D/max-3B japan, menggunakan parameter radiasi CuKα dengan daya 40 Ky dan arus 20 mA. Hasil dari analisa menggunakan XRD biasanya berupa grafik anatra intensitas dan sudut pengukuran (2θ). Puncak – puncak difraksi menunjukkan fasa yang teridentifikasi, tujuan dilakukanya analisa menggunakan XRD adalah sebagai berikut:

- ✓ Identifikasi senyawa yang ada pada semen tulang
- Melakukan analisa komposisi pada semen tulang yang telah dibuat, apakah kandungannya berubah atau tidak setelah melewati beberapa proses yang telah dilakukan
- ✓ Penentuan ukuran kristal,

FTIR

FTIR yang digunakan pada penelitian ini mempunyai spesifikasi PE-spectrum one-B FT-IR, USA. Pengujian dengan menggunakan FTIR kan menghasilkan data





SEM-EDAX

Pengamatan Scanning Electron Microscope/EDX dilakukan di laboratoriumTeknik Material danMetalurgi FTI ITS dengan menggunakanmesin FEI INSPECT S50.

DSC-TGA

Analisa terhadap konduktivitas thermal semen tulang yang akan dihasilkan, dilakukan dengan menggunakan alat Thermogravimetri Analizer Metller Toledo, dengan parameter pengujian hetaing rate 10°C/menit serta rentang temperatur antara 37°C-700°C. Nilai konduktivitas thermal akan diperoleh dengan menggunakan persamaan 3.1:

$$\frac{dQ}{dT} = K \left(Tb - T \right) \tag{3.1}$$

Dimana:

Q = heat flow pada sample (mW)

 $T = temperature sample (^{\circ}C)$

 $K = konduktivitas thermal sample (mW/<math>^{\circ}C$)

Tb = Temperature reference



Mesin Uji Kekerasan

Analisa kekerasan dilakukan menggunakan mesin Hardness Vickers (HV) dengan merk MITUTOYO. Mesin yang digunakan memiliki spesifikasi CV-400DTS, dengan beban 0.5 kgf dan lama indentasi 10s Analisa kekerasan ini digunakan untuk melihat seberapa besar pengaruh dari kombinasi karbonathidroksiaapatit-chitosan-karbonat dengan rasio yang telah ditentukan pada kekuatan semen tulang yang telah dibuat.

Anti Bacterial Test

Anti bacterial test ini dilakukan dengan cara memberikan bakteri *Staphylococcus sp.* yang telah dikultur pada temperatur 37°C pada sampel semen tulang yang ada dalam suatu media agar nutrien(broth), pengamatan terhadap perkembangan bakteri akan dilakukan selama 18-24 jam dalam anaerob jar yang disimpan dalam inkubator dengan temperature 37°C. Tujuan dari pengujian ialah untuk mendapatkan radius zona hambat yang diproduksi oleh sample semen tulang yang dirumuskan oleh persamaan 3.1 sebagai berikut:

Radius halo inhibiton =
$$\frac{Dmax - Dmin}{2}$$
....(3.1)

Dimana:

Radius halo inhibition: radius hambat rata-rata

Dmax : radius zona hambat maksimum

Dmin : radius zona hambat minimum



3.4 Diagram Alir Penelitian

Dalam penelitian kali ini, proses yang pertama kali dilakukan berupa penyiapan raw material berupa chitosan, C-HA, kalsium karbonat yang dibuat secara home made dan polimer pendukung berupa MMA. Langkah selanjutnya berupa pencampuran raw material dengan rasio komposisi yang telah ditentukan (tabel 3.1). pertama – pertama, mencampurkan seluruh powder semen tulang dengan rasio yang telah ditentukan, melakukan pengadukan sehingga powder semen tulang menjadi homogen. Langkah kedua berupa menyiapkan resin, dengan mencampurkan monomer MMA, BisGMA, DMPT, dan EGDMA terlebih dahulu. Setelah itu melakukan pencampuran terhadap powder semen tulang dan resin yang telah disiapkan, selanjutnya menambahkan BPO untuk mempercepat proses curing.





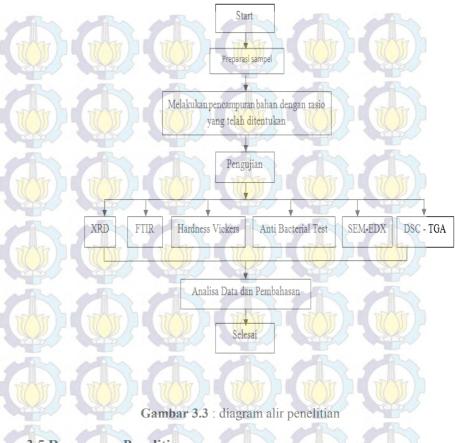
Tabel 3.1: rasio komposisi penelitian

KODE	THE STATE OF THE S	LIKUID (wt%)		
	CH (wt%)	C-HA (wt%)	K (wt%)	
C6L	68			32
H6L	THE THE	68	- DV	32
K6L	- 32	-	68	32
C3H3A3L	34	34		32
C3K3L	34	THE STATE OF	34	32
H3K3L	- 32/	34	34	32
С3Н3К3L	22.7	22.7	22.7	32
C2H24K24 L	20	24	24	32
C2H3K1L	20	36	12	32
C2H1K3L	20	12	36	32

Sterilisasi peralatan yang digunakan sangat perlu dilakukan sebelum melakukan proses pencampuran. Langkah selanjutnya berupa melakukan pengujian SEM, FTIR, EDAX, TGA – DSC, hardness dan antibacterial test. Data yang diperoleh dari pengujian lalu diolah dan dilakukan penarikan kesimpulan terhadap penelitian yang telah dilakukan.







3.5 Rancangan Penelitian

Berdasarkan komposisi semen tulang yang berada di pasaran dengan berak serbuk sebesar 68wt % dan berat likuid sebesar 32 wt % maka didapatkan rancangan komposisi pada tabel 3.2.





Tabel 3.2: rasio komposisi material semen tulang

No KODE		POWDER			LIKUID (wt%)	ANALISA					
		CH (xxx40/	C-HA	K (2240/)		XRD	FTIR	SEM	HV	ABT	TGA
		(wt%)	(wt%)	(wt%)		W		EDX			DSC
1	C6L	68			32	À	V	V	-	V	-
2	H6L	FIL	68		32		V	V	-	-	-
3	K6L			68	32		V	V	-	-	-
4	C3H3A3L	34	34		32		V	V	-	V	-
5	C3K3L	34		34	32	1	V	V	-	V	-
6	H3K3L	FI	34	341	32		V	V	-	-	-



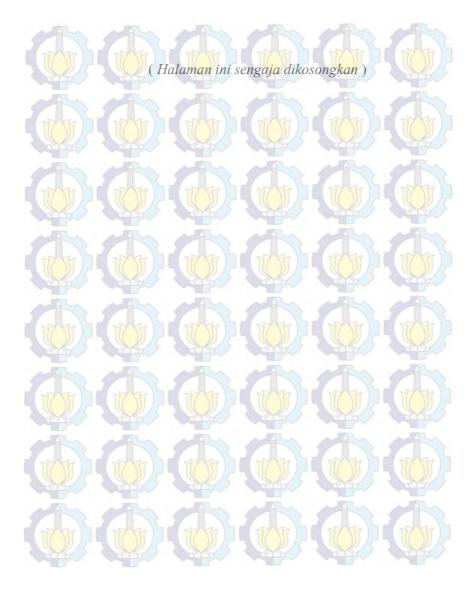
TA TA	2										
7	C3FI3K3L	22.7	22.7	22.7	32		VI	V _J	-	V	-
8	C2H24K24 L	20	24	24	32	V	V	V	V	V	V
9	C2H3K1L	20	36	12	32	V	V	V	V	V	V
10	C2H1K3L	20	12	36	32	V	V	V	V	V	V

Keterangan: CH- chitosan; (C-HA) – karbonat-hidroksiapatit; HV - hardness vickers; ABT – Anti Bacterial Testing



Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS





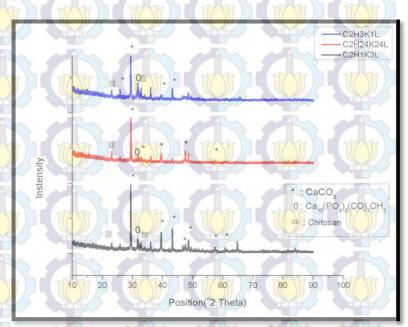
Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



BAB IV ANALISA DATA & PEMBAHASAN

4.1 Analisa Komposisi Kimia

Untuk mengidentifikasi fasa dan karakteristik peak yang terbentuk pada ketiga sample semen tulang dengan kode C2H1K3L, C2H24K24L, C2H3K1L, digunakan analisa menggunakan XRD dengan hasil seperti yang terlihat pada gambar 4.1.



Gambar 4.1: hasil pengujian XRD terhadap sample semen tulang

Dari hasil pengujian menggunakan XRD didapatkan tiga grafik dengan pattern yang sama, namun terdapat perbedaan dari segi fasa yang menempati posisi tersebut dan intensitasnya. Dalam ketiga sampel uji didapati ada tiga

Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS

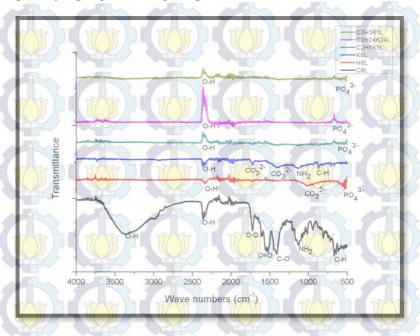


senyawa yang mendominasi setelah dilakukan pencocokan dengan ICDD, yaitu: kalsium karbonat (CaCO3) yang berada pada posisi 20 = 29.4250° pada sample C2H1K3L, $2\theta = 29.5175^{\circ}$ pada sample C2H24K24L, $2\theta = 29.4345^{\circ}$ pada sample C2H3K1L, Calcium Carbonate Phosphate Hydroxide (Ca₁₀ (PO₄)₃ (CO₃) OH₂), pada C2H1K3L terdapat pada posisi $2\theta = 31.6160^{\circ}$, sedangkan pada sample C2H3K1L fasa ini terdapat pada posisi $2\theta = 31.6160^{\circ}$, 32.0820°, dan pada C2H24K24L terdapat pada posisi 20 = 31.7568⁰ selain itu terdapat pula Chitosan pada sample C2H1K3L dengan posisi $2\theta = 23.1121^{\circ} \text{ dan } 2\theta = 34.0710^{\circ}$, pada C2H24K24L Chitosan terdapat pada posisi 20 = 23.0729°, serta pada sample C2H3K1L yang terdapat pada posisi $2\theta = 23,0962^{0}$ dan $2\theta = 34,0714^{0}$. Pada ketiga sample tersebut terlihat bahwa intensitas kalsium karbonat paling tinggi diantara senyawa yang terbentuk lainnya, hal ini dikarenakan terdapat dua sumber kalsium karbonat yang diperoleh dari kalsium karbonat itu sendiri dan C-HA, sehingga terlihat bahwa senyawa ini mendominasi dalam hasil analisa XRD, hal ini dapat terjadi karena kalsium karbonat akan terdekomposisi jika proses pencampuran dilakukan diatas temperature 825°C, walaupun dalam proses pencampuran bahan dasar semen tulang dengan likuid MMA akan bersifat eksotermis, namun panas yang dihasilkan tidak cukup untuk memutus ikatan pada senyawa kalsium karbonat. Keberadaan Chitosan menunjukkan bahwa chitosan tidak mengalami dekomposisi, disisi lain terdapat Calcium Carbonate Phosphate Hydroxide menunjukkan adanya proses dekomposisi pada bahan yang digunakan.



4.2 Analisa Gugus Fungsi

Dalam penelitian kali ini, untuk melakukan analisa lebih jauh terhadap proses yang terjadi dalam pembuatan semen tulang maka dilakukanlah identifikasi gugus fungsi yang dilakukan dengan menggunakan FTIR, dengan hasil berupa grafik yang dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 :hasil pengujian menggunakan FTIR

Pada gambar 4.2 Terlihat bahwa keenam pattern memiliki trend peak yang sama pada wave numbers 2300 yang merupakan absorbance band dari O-H, dan pada 3466 yang hanya dimiliki oleh C6L (kontrol), adanya gugus O-H ini

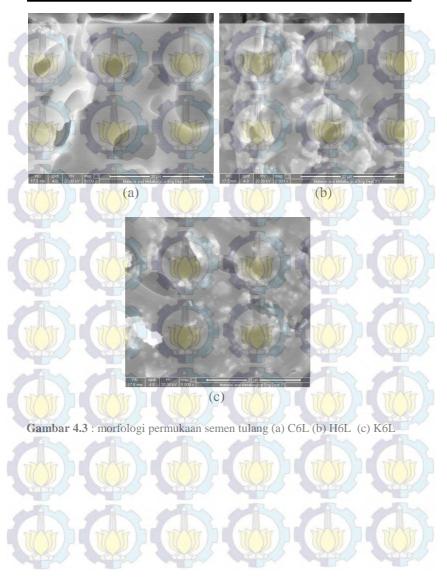


menunjukkan keberadaan Chitosan (Liu dkk, 2009). pada sample dengan kode H6L, K6L, C2H1K3L, C2H24K24L, C2H3K1L dan gugus fungsi O-H tidak terlihat, hal ini merujuk pada terjadinya proses dekomposisi yang terjadi saat proses pencampuran dilakukan. Selain itu dapat dilihat pula keberadaan gugus fungsi NH₂ pada C6L dan K6L yang menandakan keberadaan chitosan. Sedangkan keberadaan gugus fungsi C-O. dan C=O, pada C6L merupakan abrsorption bands yang merujuk pada grup free amino yang identik dimiliki oleh chitosan (Shamnuka dkk, 2012). Gugus fungsi CO₃²⁻ yang berada pada H6L dan K6L menunjukkan adanya calcium carbonat, namun kandungan CO₃² dalam H6L lebih sedikit dibandingkan K6L hal ini terjadi karena K6L memiliki 68wt% (murni CaCO₃) sebagai bahan penyusunnya. Gugus PO₄³-yang ditemui dalam sampe H6L, C2H24K24L, C2H3K1L dan C2H1K3L merupakan tanda keberadaan apatite, % absorbance tertinggi dimiliki oleh H6L, hal ini dapat terjadi karena H6L memiliki 68wt% C-HA sebagai bahan penyusun.

4.3 Analisa Morfologi Semen Tulang

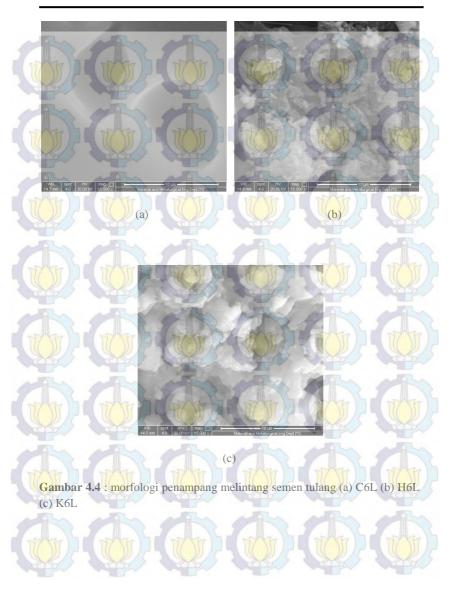
Hal mendasar yang dibutuhkan semen tulang untuk membantu proses regenerasi tulang adalah tersedianya pori-pori yang terkoneksi satu sama lain , hal ini bertujuan untuk menyediakan ruang bagi sel tulang untuk berinfiltrasi menggantikan struktur semen tulang yang ada, untuk melihat struktur semen tulang yang terbentuk, analisa dilakukan menggunakan SEM , hasil analisa ini terlihat pada gambar 4.3 sampai dengan gambar 4.6.





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



Pada permukaan sample dengan kode C6L terlihat bahwa semen tulang dengan rasio komposisi ini memiliki struktur pori yang terbentuk setelah proses pencampuran dilakukan (gambar 4.3 a), keberadaan pori ini dapat terlihat jelas dari hasil SEM yang didapat, selain itu penampang melintang dari C6L ini memiliki bentuk pori yang sama dengan pori yang berada dipermukaan semen tulang (gambar 4.4 a), hal ini membuktikan bahwa pori yang terbentuk terkoneksi ke seluruh bagian semen tulang. Berbeda dengan sample dengan kode H6L yang terlihat sangat kompak tanpa pori pada area permukaanya (gambar 4.3 b) dan pada penampang melintangnya (gambar 4.4 b). Sample dengan kode K6L memiliki pori-pori yang lebih sedikit dibanding dengan sampe C6L (gambar 4.3 a) dan struktur pada penampang melintang yang berbentuk granula tanpa pori (gambar 4.4 c).

Analisa pada ketiga sample semen tulang C2H1K3L,C2H24K24L, dan C2H3K1L dilakukan dengan cara yang sama, dengan hasil yang terdapat pada gambar 4.5 dan gambar 4.6.

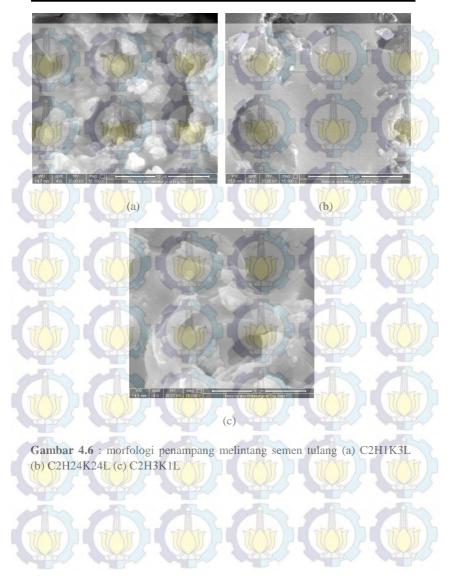






Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



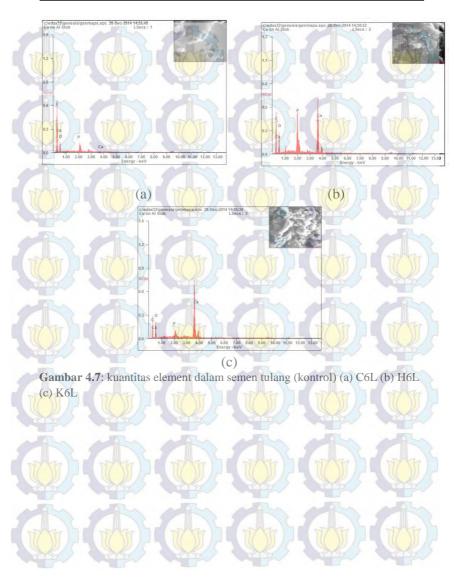
Pada sample dengan kode C2H1K3L terlihat bahwa permukaannya memiliki struktur berbentuk granula dengan ukuran pori yang relatif lebih kecil (gambar 4.5 a) dibanding pori pada sample C6L maupun K6L, selain itu sample dengan rasio ini memiliki penampang melintang dengan pori yang saling terhubung satu sama lain dengan ukuruan yang terlihat uniform dengan permukaan (gambar 4.6 a). Sample dengan kode C2H24K24L menunjukkan struktur yang solid pada permukaanya (gambar 4.5 b) dan terlihat sejumlah pori – pori yang tersebar pada jarak yang relatif jauh satu sama lain (gambar 4.6 b). Sample C2H3K1L memiliki permukaan yang terlihat bergelombang (gambar 4.5 c) dan penampang melintang dengan jumlah pori sangat sedikit dan antar pori yang tidak terkoneksi (gambar 4.6 c).

4.4 Analisa Penyebaran Unsur Kimia Dalam Semen Tulang

Untuk memperkuat hasil dari pengujian FTIR dan XRD yang telah dilakukan, analisis komposisi kimia dari semen tulang beserta tipe penyebaran unsur kimianya dapat juga dilakukan dengan mengunakan EDX. Hasil dari pengujian ini berupa spektra fluktuatif yang menandakan tinggi rendahnya kadungan unsur sebagaimana terlihat dalam gambar 4.7 dan gambar 4.8.

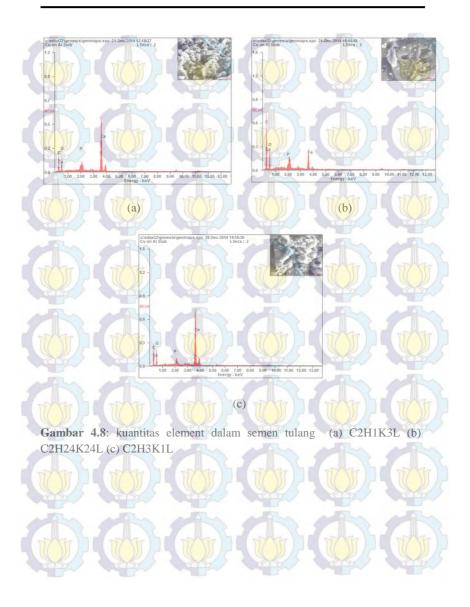






Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



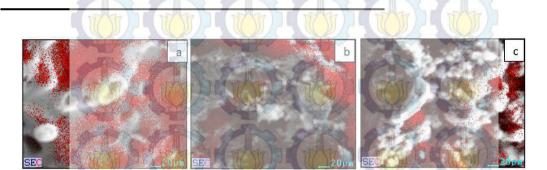
Keseluruhan kuantitas unsur yang didapat melalui analisa EDX terangkum dalam tabel 4.1.

Tabel 4.1: jumlah Wt % setiap unsur penyusun pada sample semen tulang

ELEMENT	RATIO (WT%)							
	C6L	H6L	K6L	C2H24K24L	C2H3K1L	C2H1K3L		
C	66.4	35.65	19.95	47.46	30.82	20.15		
0	30.52	28.23	40.30	36.23	35.49	36.89		
P	01.68	12.32	00.88	03.05	05.25	03.87		
Ca	00.24	20.02	37.72	12.26	26.81	36.71		

Kehomogenitasan bahan penyusun setelah dilakukan proses pencampuran merupakan salah satu faktor penting dalam menentukan keefektifan kerja semen tulang pada saat proses setting dan curing selesai. Salah satu cara unutk melihat kehomogenitasan unsur dalam semen tulang adalah dengan melihat peta penyebarannya dalam beberapa area tembakan oleh proses EDX seperti terlihat pada gambar 4.1 Untuk unsur C . O . P dan Ca.





Gambar 4.9: penyebaran unsur C dalam kontrol semen tulang (a) C6L (b) H6L (c) K6L



Gambar 4. 10: penyebaran unsur C dalam sample semen tulang (a) C2H1K3L (b) C2H24K24L (c) C2H3K1L

Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



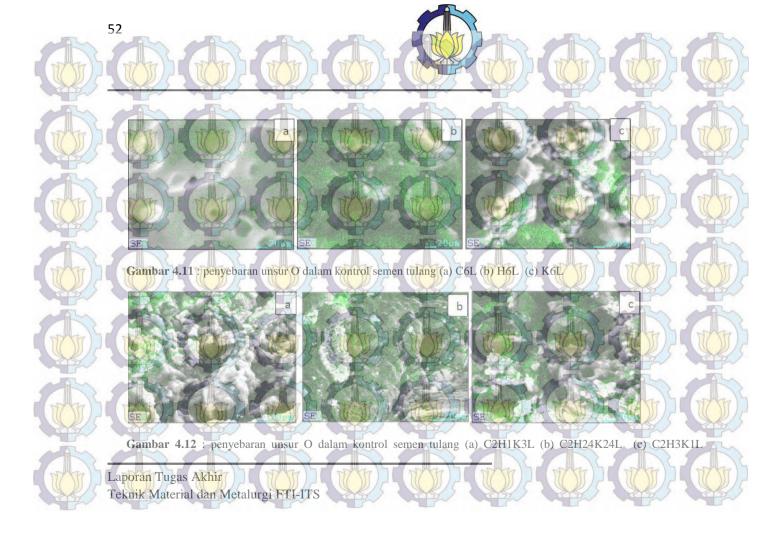
Secara kasat mata penyebaran unsur C yang terjadi pada C6L terlihat lebih merata (gambar 4.9 a) dibandingkan dengan kontrol semen tulang yang lain yang dibuktikan

dengan kontrol semen tulang yang lain yang dibuktikan dengan rasio masa (wt%) sebesar 66.4 wt% yang merupakan rasio masa C tertinggi diantara kelima sample yang lain, pada H6L (gambar 4.9 b) penyebaran unsur C hanya terpusat pada titik-titik tertentu dengan intensitas yang cukup tinggi, sedangkan pada K6L (gambar 4.9 c), penyebaran unsur C hanya terjadi pada spot – spot kecil (intensitas rendah) yang lebih tersebar dibanding dengan H6L.

Penyebaran unsur C yang terjadi pada C2H24K24L terlihat menyebar rata dan terlihat menggumpal (gambar 4.10 b). Berbeda dengan C2H24K24L, penyebaran unsur C pada C2H3K1L terlihat lebih tidak merata, terdapat hanya pada titik-titik tertentu dengan intensitas yang beryariasi. Disisi fain, penyebaran unsur C pada C2H1K3L terlihat paling tidak merata dan hampir tidak ada, terlihat hanya beberapa area-area kecil dengan jumlah unsur yang sangat sedikit (gambar 4.10 a).

Selanjutnya, analisa penyebaran unsur O dalam kontrol semen tulang terlihat juga terlihat beryariasi seperti pada gambar 4.12.



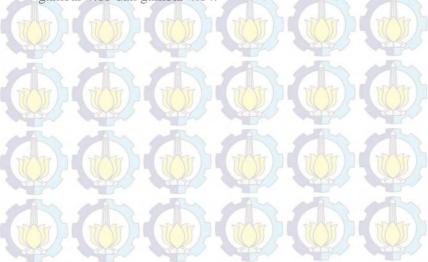




Skema penyebaran yang paling homogen terlihat pada sample H6L dengan area penyebaran paling luas (gambar 4.11 b) diantara 2 kontrol yang lain (C6L dan K6L), hal ini bertolak belakang dengan hasil pengukuran presentase masa (wt%) yang menunjukkan bahwa K6L memiliki presentase unsur O yang tertinggi diantara semua sample yang ada.

Dalam ketiga sample semen tulang yang dibuat (C2H1K3L, C2H24K24L, C2H3K1L,) skema penyebaran unsur O terlihat hampir merata ke semua area dengan intensitas yang beryariasi antara satu spot dengan spot lainnya (gambar 4.12 a, b, c) hal ini dibuktikan dengan didapatnya nilai presentase masa yang hampir sama diantara ketiganya yaitu 36.23, 35.49, dan 36.89.

Unsur lain yang terdapat dalam hasil analisa uji EDX adalah P, dengan skema penyabaran yang terlihat pada gambar 4.13 dan gambar 4.14.

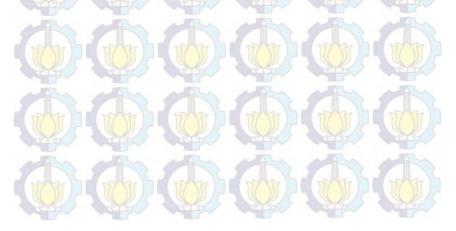


Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



Penyebaran unsur P dalam kontrol H6L (gambar 4.13 b) terlihat paling merata diantara yang lainnya, hal ini dapat terjadi karena bahan penyusun utama dari sample ini merupakan C-HA murni yang merupakan bahan penyumbang utama unsur P dalam peran pembentukan apatite, selain itu penyebaran yang merata ini juga didukung oleh tingginya nilai presentase masa (wt%) unsur P dalam sample ini sebesar 12.32 wt%.

Pada ketiga sample semen tulang (C2H1K3L, C2H24K24L, C2H3K1L,), terlihat bahwa penyebaran pada C2H24K24L hanya terjadi pada titik tertentu dengan pola menggumpal (gambar 4.14 b), sedangkan pada C2H3K1L penyebarannya lebih merata dibanding C2H24K24L dengan terbentuknya beberapa area gumpalan (gambar 4.14 c) hal ini dapat terjadi karena presentase masa (wt%) dari C-HA yang dimiliki sample ini lebih tinggi dari dua sample lainnya. Tidak berbeda jauh dengan C2H3K1L, C2H1K3L memiliki beberapa titik penyebaran unsur P dengan intensitas yang bervariasi (gambar 4.14 a).





Penyebaran unsur Ca dalam kontrol semen tulang yang dibuat (C6L, H6L, K6L) menunjukkan bahwa H6L lebih homogen, hal ini terbukti dengan luasnya area penyebaran Ca yang didapat (gambar 4.15 b), namun hal ini bertolak belakang dengan hasil presentase masa (wt%) diantara ketiga kontrol yang menunjukkan K6L memiliki presentase masa Ca yang paling tinggi (37.72 wt%).

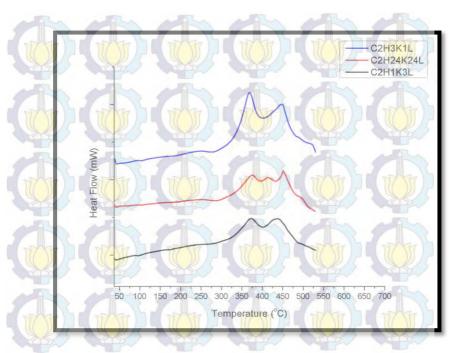
Pada ketiga sample semen tulang (C2H1K3L, C2H24K24L, C2H3K1L), terlihat bahwa penyebaran unsur Ca paling merata terjadi pada sample C2H3K1L (gambar 4.16 c), hal tersebut terlihat dari adanya banyak spot – spot Ca dibandingkan dengan dua sample yang lain. Hal ini pun berkebalikan dengan hasil perhitungan presentase masa oleh EDX yang menyatakan jumlah Ca yang dimiliki C2H1K3L sebesar 36.71 wt%.

Secara keseluruhan, hal yang paling berpengaruh dalam proses dispersi / penyebaran unsur – unsur penyusun semen tulang ini anatara lain lama dan kekuatan agitasi, serta kemampuan monomer-monomer untuk terpolimerisasi.

4.5 Analisa Sifat Thermal Semen Tulang

Analisa sifat thermal dalam sample semen tulang kali ini dilakukan menggunakan TGA dan DSC Mettler Toledo DSC822 dengan temperature pengujian 37°C sampai dengan 700°C, dengan kecepatan pemanasan sebesar 10°C/min dibawah pengaruh atmospher nitrogen. Penggunaan TGA bertujuan untuk menganalisa proses dekomposisi dan stabilitas thermal, sedangkan DSC digunakan untuk menganalisa efek dari kalor yang diberikan terhadap transisi fasa dan reaksi kimia yang terjadi. Hasil dari pengujian menggunaka TGA dan DSC ditunjukkan oleh gambar 4.17.





Gambar 4.17: hasil uji DSC semen tulang

Analisa stabilitas thermal menggunakan DSC menunjukkan adanya trend/pattern yang berbeda diantara ketiga sample, untuk sample C2H3K1L memiliki satu peak, sedangkan C2H24K24L memiliki dua peak dan C2H1K3L memiliki satu step peak sama halnya dengan C2H1K3L, adanya kesamaan trend antara C2H1K3L dan C2H3K1L ini mengindikasikan adanya dominasi rasio dari bahan penyusunnya. C2H1K3L memiliki 36 wt% dari CaCO₃, sedangkan C2H3K1L memiliki 36 wt% C-HA. Disisi lain, pada C2H24K24L memiliki 2 peak dikarenakan adanya rasio bahan penyusun yang sama yaitu 24 wt% CaCO₃ dan 24 wt% C-HA. Selain itu pada sample C2H3K1L terlihat memiliki peak-peak exothermic yang bersifat



tajam, hal ini dikarenakan sifat alami C-HA berupa penyerap panas (Lopez dkk, 2008).

Dengan menggunakan hasil analisa DSC dan persamaan 3.2. kita dapat memperoleh nilai konduktivitas semen tulang yang terangkum dalam tabel 4.2.

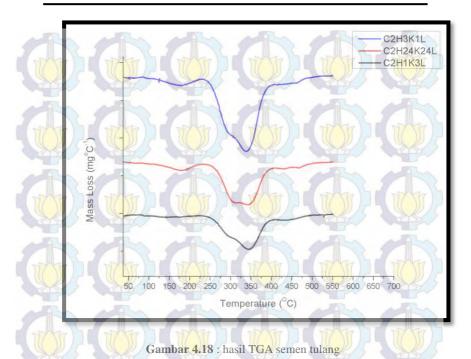
Tabel 4.2: konduktivitas thermal semen tulang

Sample	K pada $T = 37^{\circ}C$	K pada $T = 45^{\circ}C$
	(mW/OC)	(mW/°C)
C2H1K3L	0.30	0.44
C2H24K24L	0.25	0.49
C2H3K1L	0.30	0.40
Human Bone	0.64	

Temperatur 37°C dan 45°C dipilih saat melakukan perhitungan konduktivitas thermal pada semen tulang dengan tujuan temperatur 37°C merupakan temperatur normal tubuh, sedangkan 45°C merupakan temperatur yang diterima dari efek pengeboran tulang untuk pemasangan implant. Ketiga sampel semen tulang memiliki potensi untuk diaplikasikan, karena ketiganya memiliki koefisien koduktivitas thermal dibawah konduktivitas tulang manusia, sehingga kerusakan jaringan tubuh saat semen tulang meneriman panas dapat dihindarkan.

Untuk mendukung analisa biocompatibility yang telah dilakukan dengan menggunakan FTIR dan DSC, digunakanlah TGA dengan Hasil pengujian yang terdapat pada gambar 4.18





Analisa TGA menunjukkan bahwa ketiga sample memiliki start untuk step decomposition yang berbeda yang menunjukkan perbedaan dalam proses dekomposisi , untuk sample C2H3K1L memiliki start step decomposition dengan temperature paling rendah diantara dua sample lainnya, C2H24K24L start untuk step decomposition bergeser kepada temperature yang lebih tinggi dibandingkan dengan C2H3K1L, sedangkan untuk C2H1K3L memiliki start decomposition dengan temperature paling tinggi diantara ketiganya sehinggan pergeserannya paling besar, ketiga peak pada ketiga sample bersifat endothermis, untuk sample sample C2H3K1L memiliki peak endothermis paling tajam diantara ketiganya.



4.6 Analisa Kekerasan Semen Tulang

Analisa kekerasan pada berbagai mcam rasio semen tulang yang dibuat dilakukan dengan menggunakan hardness test dengan beban maksimum untuk pengujian tulang sebesar 0.5 kgf dengan waktu indentasi selama 10 detik dan repetisi sebanyak 5 kali. Dari pengujian yang dilakukan didapatkan data yang terangkum dalam tabel 4.4:

Tabel 4.3: data kekerasan semen tulang

Sample	Kekerasan (HV)
Dry cancelous bone	35.0
C2H3K1L	28.74
C2H24K24L	29.97
C2H1K3L	36.84
CEMEX RX (commercial product)	31.00

Dari hasil pengujian keempat sample semen tulang di atas, terlihat bahwa semen tulang dengan kode C2H1K3L memiliki nilai kekerasan paling tinggi sebesar 36.84 HV dengan rasio chitosan: C-HA: Karbonat: Likuid = 20: 12: 36: 32. Diikuti dengan dry bone cement komersial sebesar 35.0 HV, semen tulang dengan kode C2H24K24L sebesar 29.97 HV dengan rasio chitosan: C-HA: Karbonat: Likuid = 20: 24:24: 32 dan C2H3K1L sebesar 28.74 HV dengan rasio chitosan: C-HA: Karbonat: Likuid = 20: 36: 12: 32. C2H1K3L menunjukkan



nilai hardness tertinggi karena adanya rasio karbonat yang lebih tinggi dibanding rasio bahan penyusun lainnya, karbonat dalam semen tulang kali ini memiliki peran sebagai anchor atau pengikat yang memberikan kontribusi kekuatan yang paling besar

4.7 Analisa Sifat Anti Bakteri

Daya tahan semen tulang terhadap bakteri penyebab infeksi yang akan selalu muncul disetiap proses pemasangan implant dapat dlihat dari pengujian anti bakteri yang dilakukan dengan menggunakan bakteri *Staphylococcus aureus sp.*, bakteri ini akan ada jika daerah sekita implant mengalami inflamasi. Kekuatan dari semen tulang untuk menghindarkan pasien dari bakteri ini ditunjukkan oleh radius halo inhibition yang terdapat pada tabel 4. 4 berikut:

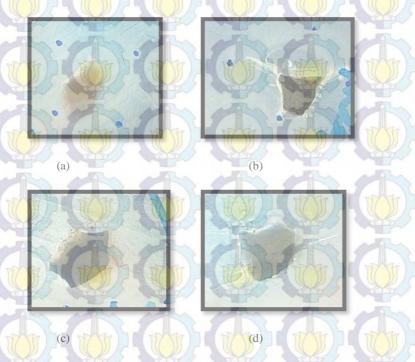
Tabel 4.4:Panjang zona halo inhibition

	RATIO							
	C6L	C2H1K3LC	C2H24K24L	C2H3K1L				
Zona halo	15.75	7.7 mm	14.2 mm	7.5 mm				
inhibition	mm							

Dari keempat sample diatas, C6L merupakan variabel kontrol dikarenakan sampel ini hanya tersusun oleh chitosan yang merupakan bahan dengan sifat anti bakteri dan MMA sebagai matriks. Dapat dilihat bahwa C6L memiliki radius



zona hambat paling maksimum diantara ketiga sampel yang lain sebesar 15.75 mm, C2H24K24 memiliki radius zona hambat kedua terpanjang setelah C6L, lalu C2H1K3L sebesar 7.7 mm dan C2H3K1L sebesar 7.5 mm. Sebagaimana zona hambat yang telah dipaparkan diatas dapat dilihat pada gambar 4.19 Berikut :



Gambar 4.19: mekanisme pembentukan zona hambat oleh semen tulang yang mengandung Chitosan (a) C6L (b) C2H1K3L (c) C2H24K24L (d) C2H3K1L

Pada gambar 4.19 a dengan kode sample C6L terlihat jelas bahwa zona hambat yang terbentuk cukup luas, sedangkan untuk C2H24K24L (gambar 4.19 b) zona hambat yang terbentuk lebih kecil. C2H3K1L (gambar 4.19 c) memiliki zona



hambat terkecil diantara keempat sample lainny, zona hambat yang terbentuk hanya menempel pada sample yang ada dan tidak menyebar keluar, berbeda dengan C2H1K3L (gambar 4.19 d) yang memiliki zona hambat sedikit lebih besar dari C2H3K1L, meskipun hanya terbentuk seperti selaput tipis pada area permukaan. Secara umum, kebanyakan semen tulang dikatakan layak digunakan ketikan radius halo inhibitionya minimal 1mm (Miola dkk, 2014), oleh karena itu keempat sample ini memiliki potensi untuk diaplikasikan di dunia orthopedic.



Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan analisa data yang tekah dilakukan maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

sample tulang memiliki potensi untuk diaplikasikan, karena ketiganya memiliki nilai konduktivitas thermal yang lebih rendah dibandingkan dengan konduktivitas tulang manusia (0.64 mW/°C) yaitu sebesar 0.30 mW/°C untuk C2H1K3L, 0.25 mW/°C untuk C2H24K24L,dan 0.30 mW/°C untuk C2H1K3L pada temperatur 37°C dan 0.44 mW/°C untuk C2H1K3L, 0.49 mW/°C untuk C2H24K24L, dan 0.40 mW/°C untuk C2H3K1L pada temperatur 45°C, selain itu semua sample semen tulang memiliki nilai zona halo inhibition lebih besar dari batas minimum (1mm) yang digunakan sebesar 7.7 mm (C2H1K3L), 14.2 mm (C2H24K24L) dan 7.5 mm (C2H3K1L). Penambahan CaCO₃ akan membuat semen tulang memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi dan porositas yang terkoneksi, dua hal ini merupakan syarat terjadinya osteokunduksi dan osteointegrasi pada tulang.

5.2 Future Works

Melakukan variasi raw material dengan mengeksplor potensi di lingkungan sekitar yang ada, serta melakukan uji SBF (Simulated Body Fluid) untuk melihat tingkat degradasi dari semen tulang yang dibuat





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



TINJAUAN PUSTAKA

- Burcu, Basgorenay. Preparation and Characterization of Hydroxyapatite Containing Acrylic Bone Cement. 2004.
- Mohammed, Khaled., Beherei, Hanan., El-Rashidy, Zenab. In vitro study of nano-hydroxyapatite/chitosan-gelatin composites for bio application. J.Adv.Res. 5 (2014)201-204.
- Zhang, H.Y., Blunt, L.A., Jiang, X.Q. The influence of bone cement type on production of fretting wear on the femoral stem surface: A preliminary study. Clinical Biomechanics.27 (2012)666-672.
- the composition on setting time and porpsity in hydroxyapatite cements with alginate and chitosan.

 Latin American Applied Research. 35 (2005) 289-294.
- Ge, Zigang., Baguenard, Sophie., Lim, Lee Yong., Wee, Aileen. Hydroxyapatite- chitin as potensial tissue engineered bone subtitutes. Biomaterials. 25 (2004)1049-1058.
- Kim, Fernandez., Ok, Sun. Physicochemical and functional properties of crawfish chitosan as affected by different processing protocols. Thesis. 2004
- Puvvada, Yateendra Shanmuka., Vankayalapati, Saikishore.

 Extraction of chitin from exsoskleton of shrimp for application in the pharmaceutical industry. J. Intl. Current. Pharmaceutical. 2012.



- Zhang, Jing tao., Liu, Weizhen., Schnitzler, Verena. Calcium phospahte cements for bone subditution: chemistry, handling and mechanical properties. Acta biomaterials. 10 (2014)1035-1049.
- Long, Judson Hwang Wong Shyh. Synthesis and characterisation of chitosan from shrimp shells. Thesis 2013.
- Komlev, VS., Mastrogiacomo, M. Pereira, R.C., Peyrin, F. Biodegradation of porous calcium phosphate scaffolds in an ectopic bone formation model studied by X-ray computed microtomography. European Cells and Materials. 19 (2010) 136-146.
- Aranaz, Inmaculada., Mengibar, Marian., Harris, Ruth., Panos, Ines. Functional characterization of chitin and chitosan. J. Current Chemical biology. 23 (2009)203-231.
- Elliot, JC., WILSON, RM., Dowker, SEP. Apatite structures.

 Intl. Centre for diffraction. 45 (2002).172-182.
- Uddin, Mohammad Hafiz., Matsumoto, Takuya., Okazaki, Masayuki. Biomimetic fabrication of apatite related biomaterials. 14. 289-307.
- Kruger, Reinhard., Groll, Jurgen. Fiber reinforced calcium phosphate cements on the way to degradable load bearing bone subtitutes?. University Hospital Wuerzburg. Dept. Function materials in medicin.



- Ono, K., T, Yamamuro., T, Nakamura. Kokubo, T. Mechanical properties of bone after implantation of apatite-wollastonite containing glass ceramic-fibrin mixture. 24 (1990) 47-63.
- Nasaruju, T.S.B., D.E, Phebe. Some physicochemical aspects of hydroxyapatite. J. Mat. Sci. 31 (1996) pp.1.
- Minke, R., J, Blankwell. The structural of alpha-chitin. J. Mol. Bio. 120 (1978) 167-181.
- Gardner, K.H., J, Blankwell. Refinement of the structure of betha-chitin. 14 (1975) 1582-1595.
- Robert, G.A.F. Chitin Chemistry. 1st edition. 1992
- Karimzadesh, A., Ayatollahi, M.R., Investigation of Mechanical and Tribological Properties of Bone Cement by Nano-Indentation and Nano-scratch Experiments. 35 (2012) 828-883.
- Miola, Marta, Bruno, Matteo. Antibiotic-free Composite Bone Cements with Antibacterial and Bioactive Properties, A preliminary Study. C43 (2014) 65-75.
- Zysset, P., Indentation of Bone Tissue: a Short Review. 20 (2009) 1049-1055.
- Connelley, Haley. Aging and Thermal Effects on the Properties of Defleshed Bones. 2010



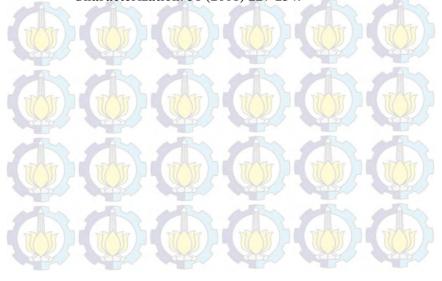
Venkateswarlu, K., Sandhyarani, M. Estimation of Crystallite Size, Lattice Strain and Dislocation Density of Nanocrystalline Carbonate Subtituted Hydroxyapatite by X-ray Peak Variance Analysis. 5 (2014) 212-221

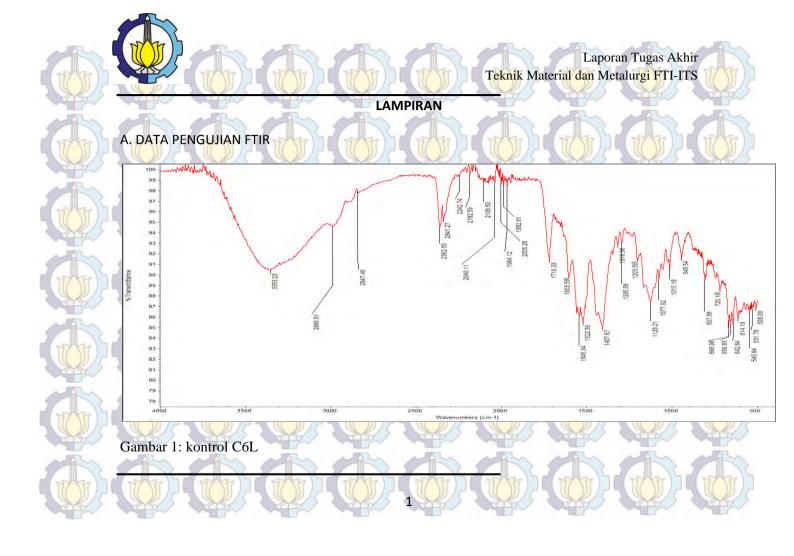
Liu, Jingxiao., Shi, Fei. Synthesis of Chitosan-Hydroxyapatite

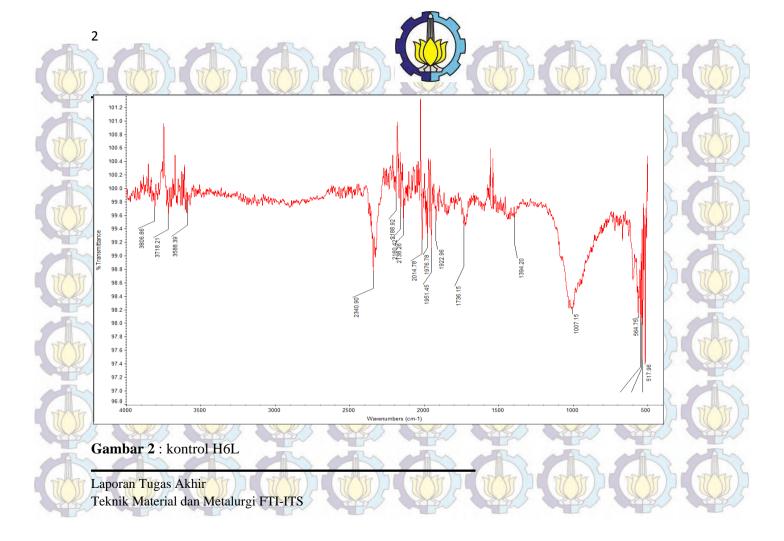
Composite and its Effect on the Properties of Bioglass
Bone Cement. 25 (2009) 551-556.

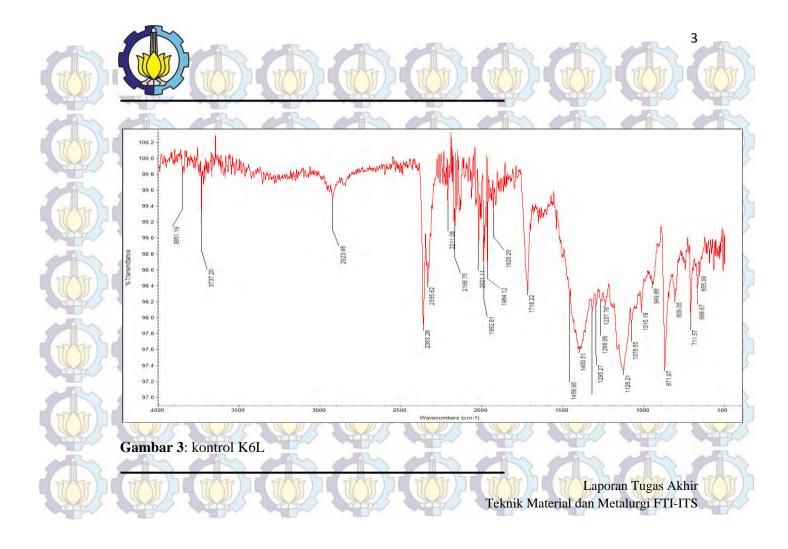
Kim, Sungjin., Park, Cha Beum. Mussel-inspired
Transformation of CaCO³ to Bone Minerals. 31 (2000)
6628-6634.

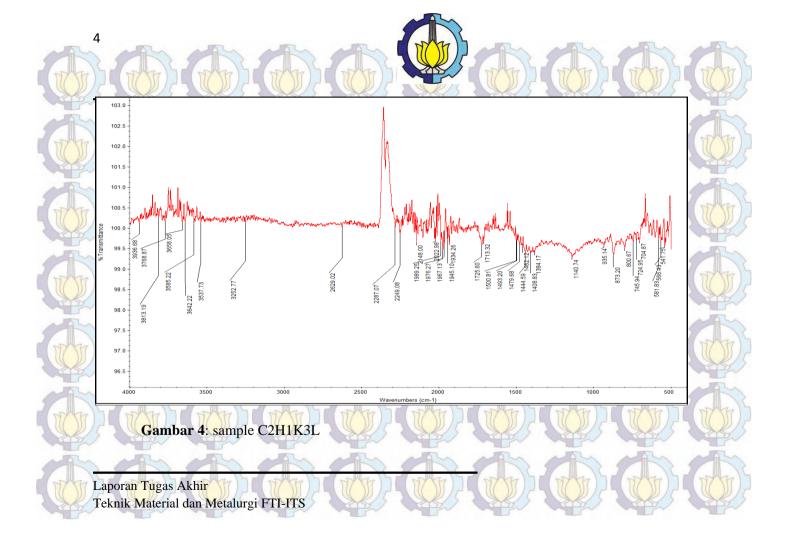
Lopez, M., Fuentes, G. PMMA/CA²⁺ Bone Cements. Part I. Physico Chemical and Thermoanalytical Characterization. 38 (2008) 227-234.

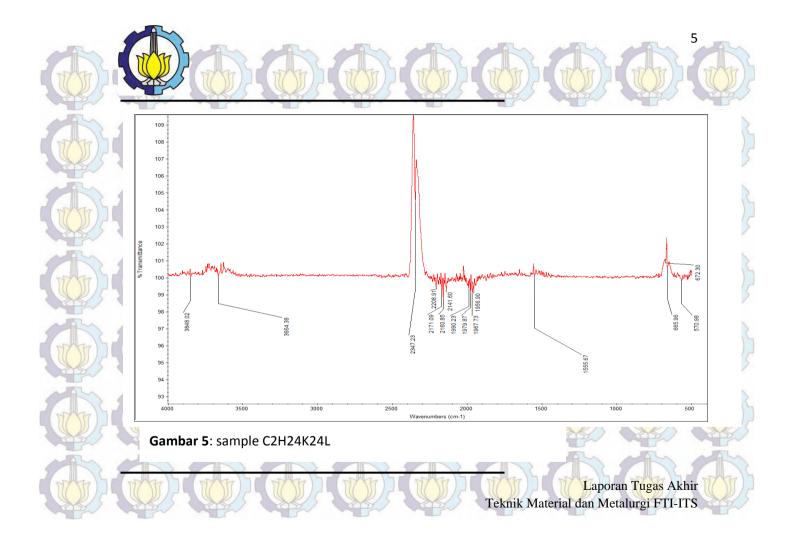


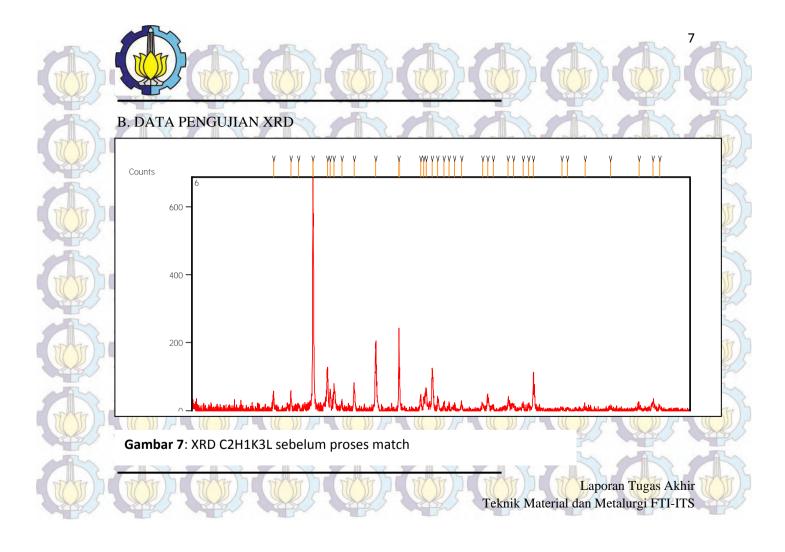


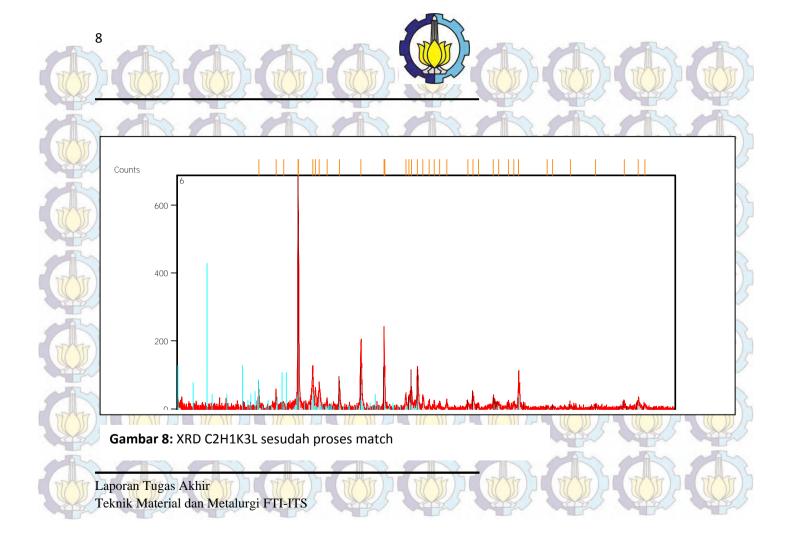


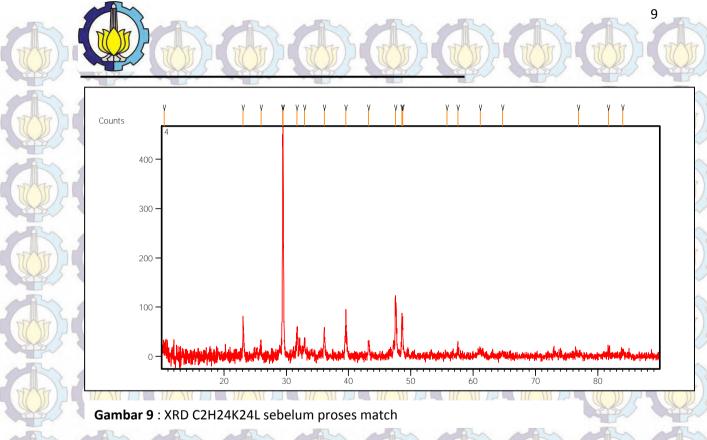






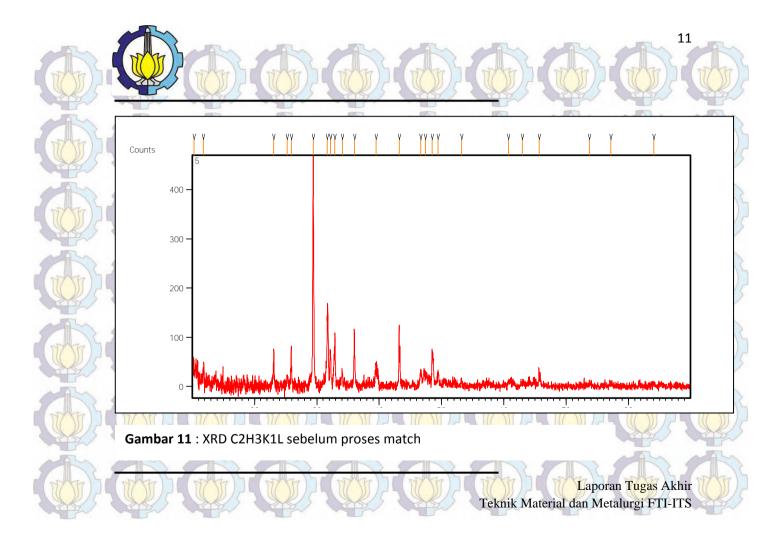


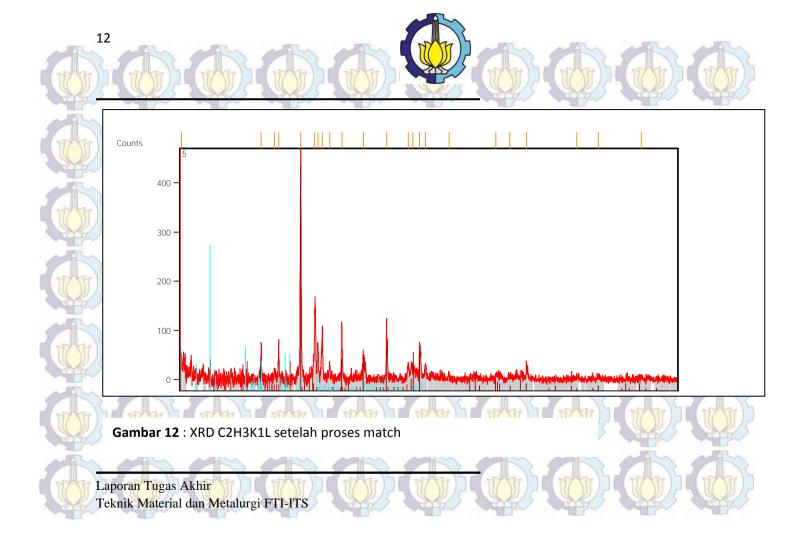






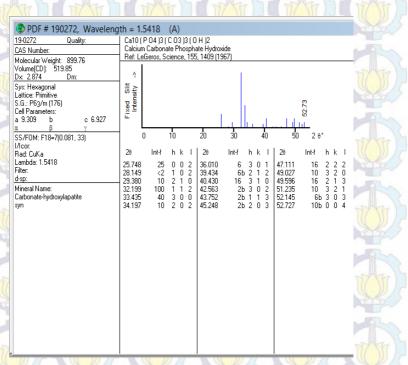








C. DATA JCPDF



DATA ICDD CALCIUM PHOSPAHTE HYDROXIDE

Name and formula

Reference code:

01-072-9862

Mineral name:

Carbonate-hydroxylapatite, syn (NR)

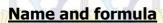
Compound name:

Calcium Carbonate Phosphate Hydroxide



Peak list

No.	h	k	1	d [A]	2Theta[de	g] I [%]
1	1	0	0	8.22130	10.753	7.1
2	1	0	1	5.28020	16.777	3.4
3	1	1	0	4.74660	18.679	1.2
4	2	0	0	4.11060	21.601	3.2
5	1	1	1	3.90860	22.732	4.0
6	2	0	1	3.53000	25.208	1.4
7	0	0	2	3.44440	25.846	28.2
8	1	0	2	3.17680	28.066	3.4
9	1	2	0	3.10740	28.706	15.2
10	1	2	1	2.83250	31.561	100.0
11	1	1	2	2.78770	32.082	64.8
12	3	Λ.	0	2 7/10/10	22 651	62 S



Reference code:

Mineral name:

Compound name:

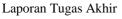
01-072-9863

Carbonate-hydroxylapatite, syn (NR)
Calcium Carbonate

Phosphate Hydroxide

	P	ea	k	lis	ŧ
--	---	----	---	-----	---

No	. h	J.		d [A]	2Theta[deg]	I [%]
	. 1	0	0	8.20260	10.777	7.7
2	2 1	0	1	5.27880	16.782	3.4
3	3 1	1	0	4.73580	18.722	1.1
4	1 2	0	0	4.10130	21.651	3.7
5	5 1	1	1	3.90400	22.759	4.4
	5 2	0	1	3.52510	25.244	1.6
7	7 0	0	2	3.44840	25.815	29.6
8	3 1	0	2	3.17890	28.047	4.1
9	9 1	2	0	3.10030	28.773	15.8
10	1	2	1	2.82770	31.616	100.0
1:	1	1	2	2.78770	32.082	64.6
12	2 3	0	0	2.73420	32.727	66.0
13	3 2	0	2	2.63940	33.937	16.7
14	1 3	0	1	2.54180	35.282	3.2
15	5 2	2	0	2.36790	37.969	0.3
10	5 1	2	2	2.30550	39.037	4.1
17	7 1	3	0	2.27500	39.582	19.8
18	3 2	2	1	2.23960	40.235	0.5
- 1/				0.04060	40 500	





DATA ICDD CALCIUM CARBONATE

Name and formula

Reference code: Mineral name:

Compound name:





Calcium Carbonate



Peak list



No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg]	I [%]	
1	0	0	2	4.28000	20.737	100.0	
2	1	0	0	3.57000	24.921	70.0	
3	1	0	1	3.27000	27.250	70.0	
4				3.00000	29.757	50.0	
5	1	0	2	2.71000	33.027	100.0	
6				2.54000	35.308	20.0	
7				2.29000	39.312	70.0	
8	1	1	0	2.06000	43.917	100.0	
9	1	1	2	1.84000	49.498	100.0	
10				1.59000	57.955	70.0	
11	1	0	5	1.54000	60.026	50.0	





Name and formula

Peak list

Reference code: Mineral name:

Compound name:



Calcium Carbonate







No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg]	I [%]	
1	1	0	4	3.03000	29.455	100.0	
2	1	1	0	2.49000	36.041	40.0	
3	1	1	3	2.28000	39.492	60.0	
4	2	0	2	2.10000	43.038	60.0	
5	0	2	4	1.92000	47.306	80.0	
6	1	1	6	1.87000	48.652	70.0	
7	1	2	2	1.60000	57.559	50.0	
8	2	1	4	1.52000	60.899	50.0	
9	3	0	0	1.44000	64.678	40.0	
			_				





Name and formula

Reference code:

Mineral name:

Compound name:

00-002-0629

Calcite

Calcium Carbonate



No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg] I [%]
1	0	1	2	3.84000	23.144	60.0
2	1	0	4	3.02000	29.555	100.0
3	1	1	0	2.49000	36.041	60.0
4	1	1	3	2.28000	39.492	70.0
5	2	0	2	2.09000	43.254	70.0
6	0	2	4	1.92000	47.306	90.0
7	1	1	6	1.87000	48.652	80.0
8	2	1	1	1.62000	56.783	40.0
9	1	2	2	1.60000	57.559	50.0
10	2	1	4	1.52000	60.899	60.0
11	1	2	5	1.47000	63.204	40.0
12	3	0	0	1.44000	64.678	50.0
13	0	0	12	1.42000	65.703	40.0
14	2	1	7	1.36000	68.999	10.0
15	0	2	10	1.33000	70.785	40.0
16	1	2	8	1.29000	73.330	30.0
17	2	2	0	1.24000	76.809	20.0
18	2	1	10	1.18000	81.506	40.0
19	1	3	4	1.15000	84.107	40.0
20	2	2	6	1.14000	85.017	40.0

Name and formula

Reference code:

Mineral name:

Compound name:

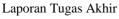
00-003-0405

Aragonite

Calcium Carbonate



No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg]		I [%]
1	1	1	1	3.39000	26.268	100.0
2				3.01000	29.655	30.0
3	1	2	1	2.72000	32.902	80.0
4	1	0	2	2.50000	35.892	65.0
5	1	1	2	2.36000	38.101	80.0
6	2	1	1	2.19000	41.187	65.0
7	2	2	0	2.09000	43.254	65.0
8	0	4	0	1.99000	45.547	100.0
9	2	0	2	1.88000	48.376	65.0
10	2	1	2	1.83000	49.787	65.0
11	1	1	3	1.74000	52.553	80.0
12	3	1	1	1.56000	59.179	30.0
13	0	5	2	1.39000	67.307	30.0
14	1	0	4	1.37000	68.425	30.0
15	1	6	1	1.25000	76.084	30.0





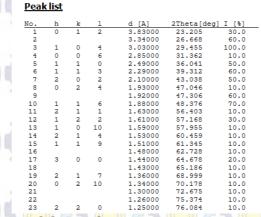
Name and formula

Reference code:

Mineral name: Compound name: Common name:

Calcite

00-003-0596 Calcium Carbonate B-Ca C O3



Name and formula

Peak list

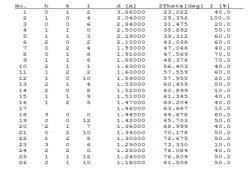
Reference code: Mineral name:

Compound name:

00-004-0637 Calcite

Calcium Carbonate









Name and formula

Reference code: Mineral name: Compound name: 00-004-0844

Vaterite

Calcium Carbonate



No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg] I [%]
1	1	0	0	3.59000	24.780	70.0
2	1	0	1	3.29000	27.081	70.0
3	1	0	2	2.72000	32.902	60.0
4				2.31000	38.958	10.0
5	1	1	0	2.06000	43.917	100.0
6	1	1	2	1.85000	49.212	20.0
7	1	0	4	1.82000	50.079	20.0
8	2	0	2	1.64000	56.029	40.0
9	1	0	5	1.54000	60.026	20.0
10				1.47000	63.204	10.0
11				1.36000	68.999	10.0
12	2	1	2	1.28000	73.997	40.0
13	2	1	4	1.14000	85.017	10.0
14	2	0	6	1.11000	87.889	10.0

ICDD CHITOSAN

Name and formula

Reference code: Compound name:

Common name:

Chitosan

00-039-1894

(2R,3R,4R,5S,6R)-3-amino-6-(hydroxymethyl)oxane-

2,4,5-triol













	<u>Peak</u>	<u>list</u>					1
	No.		k 1	d [A]	2Theta[d	leg] I [%]	W 37
	1 2		2 1 0 1	6.50000 6.50000	13.612 13.612	10.0 10.0	
	3		2 0	5.83000	15.185	100.0	
	4		0 2	5.22000	16.972	10.0	
	5 6		2 1 2	5.01000 4.37000	17.689 20.305	10.0 100.0	
	7		2 2	4.37000	20.305	100.0	
	8		0 0	4.17000	21.290	100.0	
	9 10		4 0 2	4.17000 3.86000	21.290	100.0 50.0	
2	11		4 0	3.72000	23.901	100.0	
	12	2	2 0	3.72000	23.901	100.0	
	13 14		4 1 2 1	3.48000 3.48000	25.577 25.577	50.0 50.0	
	15	0	2 1 1 3	3.40000	26.189	10.0	1
	16		0 2	3.19000	27.947	20.0	
	17 18		4 2	3.19000 3.17000	27.947 28.127	20.0 50.0	
	19		2 3	3.17000	28.127	50.0	
	20		2 3	2.98000	29.961	70.0	
	21 22		4 1 5 2	2.80000 2.64000	31.937 33.929	20.0 50.0	
	23		2 0	2.64000	33.929	50.0	
	24		0 1	2.62000	34.196	50.0	
	25 26	0 2	6 1 4 2	2.62000 2.54000	34.196 35.308	50.0 20.0	
	27		4 3	2.51000	35.744	20.0	
	28		2 3	2.51000	35.744	20.0	
	29 30		2 4 0 4	2.47000 2.47000	36.343 36.343	50.0 50.0	
	31		2 4	2.37000	37.934	10.0	
	32	0	3 4	2.37000	37.934	10.0	
			Mal	DA S	2/5		
				NO.			- IIVI
100							
			1				
				KA N			

Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



D. PEAK LIST HASIL UJI XRD

1. SAMPLE C2H1K3L

100				4
Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing	Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
23.1121	51.42	0.1673	3.84840	7.36
25.8881	51.85	0.1338	3.44169	7.42
27.1341	15.76	0.2007	3.28641	2.26
29.4250	698.67	0.0816	3.03305	100.00
29.5200	500.80	0.0612	3.03101	71.68
31.7922	111.01	0.2040	2.81240	15.89
32.1853	52.63	0.2448	2.77894	7.53
32.8303	65.81	0.2856	2.72580	9.42
34.0710	24.78	0.2448	2.62933	3.55
36.0461	80.90	0.1224	2.48965	11.58
39.5018	199.12	0.1224	2.27946	28.50
43.2263	242.05	0.0816	2.09128	34.64
43.3547	108.86	0.0612	2.09057	15.58



46.7135	41.56	0.1632	1.94297	5.95
47.2051	41.17	0.1224	1.92387	5.89
47.6469	55.86	0.2448	1.90706	8.00
48.5770	109.80	0.2856	1.87270	15.72
49.4538	37.90	0.2448	1.84153	5.42
50.4850	22.28	0.1632	1.80630	3.19
51.2706	17.54	0.2448	1.78046	2.51
52.1596	15.98	0.2448	1.75218	2.29
53.3153	18.35	0.2448	1.71689	2.63
56.6513	17.63	0.3264	1.62345	2.52
57.4883	41.18	0.3264	1.60179	5.89
58.3445	10.43	0.4896	1.58031	1.49
60.7710	35.71	0.1224	1.52289	5.11
61.5942	16.40	0.3264	1.50449	2.35
63.1460	15.22	0.3264	1.47120	2.18
64.0530	12.55	0.2448	1.45254	1.80



-	64.8203	107.92	0.1020	1.43719	15.45
N. C.	69.3962	5.57	0.4896	1.35318	0.80
	70.2683	6.65	0.4896	1.33850	0.95
	73.0935	8.21	0.3264	1.29358	1.18
	77.1728	7.97	0.4896	1.23506	1.14
	81.7888	11.48	0.4896	1.17663	1.64
	84.0088	23.92	0.5712	1.15110	3.42
	85.0988	10.97	0.4896	1.13912	1.57
	The same of the sa				

2. SAMPLE C2H24K24L

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.4324	18.38	0.6691	8.47983	3.98
23.0795	76.99	0.0502	3.85376	16.65
25.9562	22.22	0.2676	3.43282	4.80
29.4333	430.43	0.0816	3.03221	93.07
29.5175	462.49	0.0502	3.02625	100.00



31.7568	55.45	0.2342	2.81778	11.99
32.9376	29.92	0.2676	2.71942	6.47
36.1134	49.71	0.1673	2.48723	10.75
<mark>39</mark> .5686	75.28	0.1673	2.27765	16.28
43.2002	28.39	0.2007	2.09422	6.14
47.5244	122.96	0.0836	1.91327	26.59
48.5517	82.27	0.0612	1.87361	17.79
48.6990	54.96	0.0836	1.86984	11.88
55.8129	5.73	0.4015	1.64720	1.24
57.5673	15.56	0.2 <mark>676</mark>	1.60110	3.36
61.1800	9.22	0.8029	1.51494	1.99
64.7485	5.91	0.8029	1.43980	1.28
76.8975	3.23	0.8029	1.23982	0.70
81.6800	18.61	0.1224	1.17792	4.02
84.0130	7.68	0.4015	1.15200	1.66
		THE STATE OF THE S		



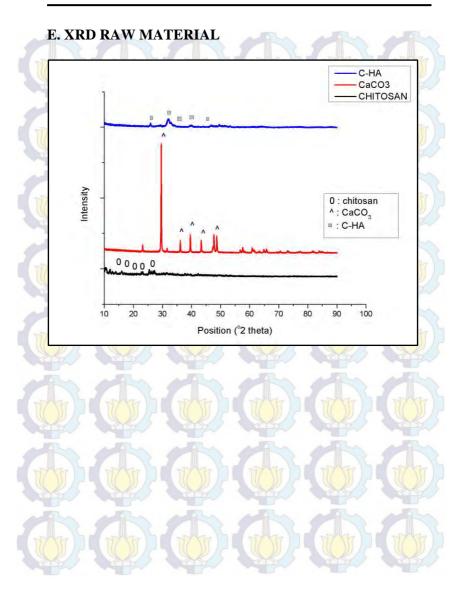
3. SAMPLE C2H3K1L

Pos.	Height	FWHM Left	d-spacing (Rel. Int.
[°2Th.]	[cts]	[°2Th.]	[Å]	[%]
all al			1	
10.2713	37.36	0.2007	8.61248	7.85
11.7954	26.03	0.2007	7.50285	5.47
23.0962	75.62	0.0669	3.85101	15.88
25.2615	21.60	0.2007	3.52562	4.54
25.9001	66.79	0.1338	3.44012	14.02
29.4345	476.23	0.1506	3.03460	100.00
31.6875	136.09	0.1004	2.82379	28.58
32.1721	63.14	0.1673	2.78236	13.26
32.9019	101.59	0.0836	2.72229	21.33
34.0714	27.25	0.1338	2.63148	5.72
36.0284	113.54	0.0502	2.49290	23.84
39.4785	37.08	0.2676	2.28263	7.79
43.2069	123.36	0.0612	2.09218	25.90
46.6536	31.67	0.2007	1.94693	6.65



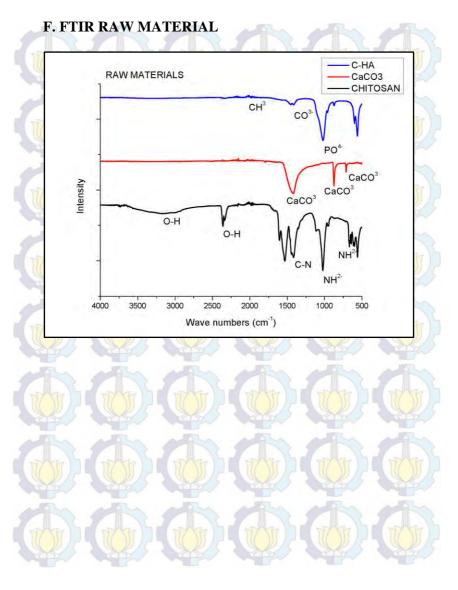
	47.3874	19.46	0.2676	1.91848	4.09
	48.5140	62.68	0.1673	1.87653	13.16
	49.4672	25.61	0.1338	1.84258	5.38
	53.2101	12.38	0.2007	1.72146	2.60
	60.7569	9.53	0.4015	1.52447	2.00
	62.9505	5.78	0.6691	1.47652	1.21
	65.6462	30.38	0.0816	1.42109	6.38
	73.7029	3.38	0.8029	1.28545	0.71
	77.1989	5.34	0.4015	1.23573	1.12
	84.0574	5.74	0.4015	1.15151	1.21
7					1





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS





Laporan Tugas Akhir Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS



BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Tutut Ummul Habibah. Penulis lahir di Jombang, 09 Agustus 1992. Penulis adalah anak kedua dari dua bersaudara pasangan Anton S. dan S. Rohmah. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN Dapurkejambon III (1999-2005), SMPN 1 Jombang (2005-2008), SMAN 3 Jombang (2008-2011) dan diterima di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS pada tahun 2011 dan terdaftar dengan NRP 2711 100 087.

Tugas akhir yang diambil penulis dalam bidang material inovatif adalah "Alernatif Baru Pengembangan Material Semen Tulang/Bone Cement [CH-(C-HA)-CaCO₃-MMA] Hasil Daur Ulang Limbah Organik".

Tutut Ummul Habibah habibahtutut@gmail.com 08563370137



Lapo

Tekn (Halaman ini sengaja dikosongkan)