



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR – TL184834

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE PADA PLLA/NANO-HIDROKSIAPATIT TERHADAP SIFAT MEKANIK, MORFOLOGI, DAN BIODEGRADASI *BONE SCREW*

**OKTA NIRMALA PUTRI
NRP. 0251184000030**

**Dosen Pembimbing
Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng
Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc**

**DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2022**



TUGAS AKHIR – TL 184834

**ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN 3-
AMINOPROPYLTRIEHOXYSILANE PADA PLLA/NANO-
HIDROKSIAPATIT TERHADAP SIFAT MEKANIK,
MORFOLOGI, DAN BIODEGRADASI *BONE SCREW***

OKTA NIRMALA PUTRI
NRP. 0251184000030

Dosen Pembimbing
Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng
Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL 184834

ANALYSIS OF THE EFFECT OF ADDITION OF 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE IN PLLA/NANO-HYDROXYPATITE ON MECHANICAL PROPERTIES, MORPHOLOGY, AND BIODEGRADATION OF BONE SCREW

OKTA NIRMALA PUTRI
NRP. 0251184000030

Supervisor
Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng
Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc

**MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING
DEPARTMENT**
Faculty of Industrial Technology and System Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2022

(This page is intentionally left blank)

**ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN 3-
AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE PADA PLLA/NANO-
HIDROKSIAPATIT TERHADAP SIFAT MEKANIK,
MORFOLOGI, DAN BIODEGRADASI BONE SCREW**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekaya Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

OKTA NIRMALA PUTRI

NRP 0251184000030

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Dr. Agung Puniawan, ST. M.Eng..... (Pembimbing I)
2. Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc.. (Pembimbing II)

**SURABAYA
Januari 2022**



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALISIS PENGARUH PENAMBAHAN 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE PADA PLLA/NANO-HIDROKSIAPATIT TERHADAP SIFAT MEKANIK, MORFOLOGI, DAN BIODEGRADASI BONE SCREW

Nama : Okta Nirmala Putri
NRP : 0251184000030
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi
Pembimbing I : Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng
Pembimbing II : Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc

Abstrak

Biodegradable bone screw merupakan komponen dasar pada fiksasi tulang internal modern yang berfungsi untuk menyelaraskan fragmen tulang sepanjang penyembuhan. Material biodegradable bone screw yang banyak digunakan saat ini yaitu material komposit yang terdiri dari dua material berbeda dan pada penelitian ini memanfaatkan PLLA sebagai biopolimer dan nano-HAp sebagai biokeramik yang akan dimodifikasi menggunakan silane coupling agent 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES). Variabel yang digunakan yaitu rasio komposisi PLLA/nHAp sebesar 70:30, 80:20, 90:10 serta penambahan silane coupling agent dengan tanpa silane coupling agent serta variasi 1, 3, dan 5%. Penelitian ini menunjukkan bahwa dengan bertambahnya persentase coupling agent dan berkurangnya komposisi nHAp dapat memperbaiki ikatan antara filler dan matriks komposit, meningkatkan sifat mekanik, dan memperlambat degradation time. Penambahan 5% APTES dan perbandingan PLLA/nHAp 90:10 merupakan variasi yang mendekati kriteria pengganti tulang dengan nilai kuat tekan 47,73 MPa, kuat tarik 8,03 MPa, dan degradation time selama 36,8 bulan serta degradation rate .

Kata Kunci: *3-aminopropyltriethoxysilane, Bone Screw, Nano-Hidroksiapatit, PLLA*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

ANALYSIS OF THE EFFECT OF ADDITION OF 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE IN PLLA/NANO-HYDROXYPATITE ON MECHANICAL PROPERTIES, MORPHOLOGY, AND BIODEGRADATION OF BONE SCREW

Student Name : Okta Nirmala Putri
NRP : 0251184000030
Department : Material and Metallurgical Engineering
Supervisor : Dr. Agung Purniawan, ST. M.Eng
Co-Supervisor : Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc

Abstract

Biodegradable bone screw is a basic component in modern internal bone fixation which serves to align bone fragments during healing. The biodegradable bone screw material that is widely used today is a composite material consisting of two different materials and in this study using PLLA as a biopolymer and nano-HAp as a bioceramic which will be modified using a silane coupling agent 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES). The variables used were the PLLA/nHAp composition ratio of 70:30, 80:20, 90:10 and the addition of a silane coupling agent with no silane coupling agent and variations of 1, 3, and 5%. This study shows that increasing the percentage of coupling agent and decreasing the nHAp composition can improve the bond between filler and composite matrix, improve mechanical properties, and slow down the degradation time. The addition of 5% APTES and the PLLA/nHAp ratio of 90:10 is a variation that is close to the criteria for bone replacement with a compressive strength value of 47.73 MPa, tensile strength of 8.03 MPa, and a degradation time of 36.8 months.

Keywords: *3-aminopropyltriethoxysilane, Bone Screw, Nano-Hydroxyapatite, PLLA*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur kita panjatkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan seluruh rangkaian penelitian Tugas Akhir ini. Laporan Tugas Akhir ini penulis buat sebagai persyaratan studi di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya. Penulis dalam kesehariannya telah mendapat banyak bantuan, kritik dan saran yang cukup untuk menyelesaikan Tugas Akhir. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah memberikan dukungan, bimbingan, dan bantuan kepada penulis hingga Laporan Tugas Akhir ini dapat diselesaikan, diantaranya :

1. Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya selama melakukan penelitian Tugas Akhir serta selalu memberikan kelancaran dalam melakukan penelitian Tugas Akhir ini.
2. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng. selaku dosen pembimbing pertama yang telah membimbing dan memberikan banyak pembelajaran kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir.
3. Ibu Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc. selaku dosen pembimbing kedua yang telah membimbing dan memberikan banyak pembelajaran kepada penulis dalam pengerjaan Laporan Tugas Akhir.
4. Bapak Sigit Tri Wicaksono, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Ketua Departemen Teknik Material FTIRS-ITS Surabaya.
5. Bapak Lukman Noerochiem, S.T., M.Sc. Eng. Ph.D. selaku dosen wali yang telah memberikan pengarahan kepada penulis selama menempuh perkuliahan.
6. Orang tua beserta keluarga yang senantiasa memberikan doa serta dukungan kepada penulis.
7. Seluruh pihak yang tidak dapat dituliskan satu per satu oleh penulis.

Segala usaha telah dilakukan dalam menyelesaikan laporan ini. Namun, Penulis menyadari bahwa penulisan laporan masih belum sempurna. Oleh karena itu, penulis sangat terbuka dengan kritik dan saran dari pembaca. Semoga laporan ini dapat memberikan manfaat bagi pihak yang bersangkutan. Terima kasih.

Surabaya, 17 Januari 2022
Penulis

Okta Nirmala Putri

| | | |
|--------------|---|------------|
| 3.1.2 | Diagram Alir Proses Fabrikasi <i>Biodegradable Bone Screw</i> | 39 |
| 3.2 | Metode Penelitian | 40 |
| 3.3 | Bahan | 40 |
| 3.4 | Prosedur Penelitian | 41 |
| 3.4.1 | Prosedur Modifikasi permukaan nHAp..... | 41 |
| 3.4.2 | Prosedur Fabrikasi <i>Biodegradable Bone Screw</i> | 42 |
| 3.5 | Proses Pengujian | 42 |
| 3.5.1 | Pengujian <i>Fourier-Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR) | 42 |
| 3.5.2 | Pengujian <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)/Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX)..... | 43 |
| 3.5.3 | Pengujian Tekan..... | 44 |
| 3.5.4 | Pengujian Tarik | 45 |
| 3.5.5 | Pengujian <i>Weight Loss</i> | 46 |
| 3.6 | Rancangan Penelitian..... | 47 |
| 4 | BAB IV | 49 |
| | HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 49 |
| 4.1 | Hasil Pengujian FTIR | 49 |
| 4.2 | Hasil Pengujian SEM/EDX..... | 53 |
| 4.3 | Hasil Pengujian Tekan | 57 |
| 4.4 | Hasil Pengujian Tarik | 60 |
| 4.5 | Hasil Pengujian <i>Weight Loss</i> | 64 |
| BAB V | KESIMPULAN DAN SARAN..... | 71 |
| 5.1 | Kesimpulan | 71 |
| 5.2 | Saran | 71 |
| | DAFTAR PUSTAKA | 73 |
| | LAMPIRAN | 81 |
| | UCAPAN TERIMA KASIH..... | 106 |
| | BIODATA | 109 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|---------------------|---|----|
| Gambar 2. 1 | Tulang Belum Matang (<i>woven</i>) dan Tulang Matang (<i>lamellar</i>). ¹¹ | 6 |
| Gambar 2. 2 | Klasifikasi <i>Incomplete Fractures</i> ¹⁵ | 9 |
| Gambar 2. 3 | Klasifikasi <i>Complete Fractures</i> ¹⁵ | 10 |
| Gambar 2. 4 | <i>Kirschner Wires</i> dan <i>Steinman Pins</i> ⁴ | 12 |
| Gambar 2. 5 | Penggunaan <i>Screw</i> dengan <i>Plate</i> . ⁴ | 14 |
| Gambar 2. 6 | <i>Biodegradable Bone Screw</i> ²⁰ | 15 |
| Gambar 2. 7 | Dimensi dan toleransi <i>screw</i> dengan <i>shallow thread</i> | 16 |
| Gambar 2. 8 | Dimensi dan toleransi <i>screw</i> dengan <i>deep thread</i> | 17 |
| Gambar 2. 9 | <i>L-Lactic Acid</i> dan <i>D-Lactic Acid</i> | 21 |
| Gambar 2. 10 | Komposit Menggunakan <i>Coupling Agent</i> ⁴¹ 24 | |
| Gambar 2. 11 | Komposit Tidak Menggunakan <i>Coupling Agent</i> ⁴¹ | 24 |
| Gambar 2. 12 | Struktur Kimia APTES ⁴⁴ | 26 |
| Gambar 2. 13 | Formasi Silanol. ⁴⁷ | 26 |
| Gambar 2. 14 | Skema Hidrolisis dan Kondensasi APTES pada Permukaan Silika. ⁴⁸ | 27 |
| Gambar 2. 15 | Reaksi APTES pada modifikasi permukaan nano hidroksiapatit..... | 28 |
| Gambar 2. 16 | Penelitian Sebelumnya | 30 |
| Gambar 2. 17 | Grafik Nilai Kekuatan Tarik..... | 31 |
| Gambar 2. 18 | Grafik Nilai Modulus Elastisitas | 32 |
| Gambar 2. 19 | Grafik Nilai Perpanjangan Putus | 32 |
| Gambar 2. 20 | Hasil SEM komposit karet alam-selulosa TKKS 0% 3-APTES..... | 33 |
| Gambar 2. 21 | Hasil SEM komposit karet alam-selulosa TKKS 2% 3-APTES..... | 33 |
| Gambar 2. 22 | Hasil SEM komposit karet alam-selulosa TKKS 4% 3-APTES..... | 34 |

| | | |
|--------------------|---|----|
| Gambar 3. 1 | Diagram alir modifikasi permukaan nHAp | 38 |
| Gambar 3. 2 | Diagram alir proses fabrikasi <i>biodegradable bone screw</i> | 39 |
| Gambar 3. 3 | Alat Pengujian FTIR..... | 43 |
| Gambar 3. 4 | Alat Pengujian SEM/EDX..... | 44 |
| Gambar 3. 5 | Spesimen Pengujian Tekan..... | 45 |
| Gambar 3. 6 | Spesimen Uji Tarik Filamen..... | 46 |
| | | |
| Gambar 4. 1 | Grafik FTIR komposit PLLA/nHAp. | 49 |
| Gambar 4. 2 | Grafik FTIR dengan variasi penambahan persentase APTES | 51 |
| Gambar 4. 3 | Grafik FTIR dengan variasi perbandingan komposit PLLA/nHAp..... | 51 |
| Gambar 4. 4 | Grafik FTIR perbandingan antara <i>bone screw</i> komersil dan PLLA:nHAp 90:10 5% APTES | 52 |
| Gambar 4. 5 | Pengujian SEM pada sampel (a) PLLA:nHAp 80:20 0% APTES, (b) PLLA:nHAp 80:20 1% APTES, (c) PLLA:nHAp 80:20 3% APTES, (d) PLLA:nHAp 80:20 5% APTES, (e) PLLA:nHAp 90:10 5% APTES, dan (f) PLLA:nHAp 70:30 5% APTES..... | 54 |
| Gambar 4. 6 | Pengujian EDX pada sampel (a) PLLA:nHAp 80:20 0% APTES, (b) PLLA:nHAp 80:20 1% APTES, (c) PLLA:nHAp 80:20 3% APTES, (d) PLLA:nHAp 80:20 5% APTES, (e) PLLA:nHAp 90:10 5% APTES, dan (f) PLLA:nHAp 70:30 5% APTES..... | 56 |
| Gambar 4. 7 | Grafik pengaruh penambahan persentase APTES terhadap nilai <i>compressive strength</i> pada komposisi PLLA/nHAp 80:20. | 57 |
| Gambar 4. 8 | Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap nilai <i>compressive strength</i> dengan penambahan 5% APTES..... | 59 |

| | | |
|---------------------|--|----|
| Gambar 4. 9 | Grafik pengaruh penambahan persentase APTES terhadap nilai <i>tensile strength</i> pada komposisi PLLA/nHAp 80:20..... | 61 |
| Gambar 4. 10 | Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap nilai <i>tensile strength</i> dengan penambahan 5% APTES..... | 63 |
| Gambar 4. 11 | Grafik pengaruh penambahan APTES terhadap biodegradasi pada komposisi PLLA/nHAp 80:20..... | 64 |
| Gambar 4. 12 | Grafik pengaruh penambahan APTES terhadap laju degradasi pada komposisi PLLA/nHAp 80:20..... | 65 |
| Gambar 4. 13 | Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap biodegradasi dengan penambahan 5% APTES..... | 67 |
| Gambar 4. 14 | Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap laju degradasi dengan penambahan 5% APTES..... | 67 |

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

| | | |
|-------------------|---|----|
| Tabel 2. 1 | Kandungan Mineral Tulang Manusia ¹¹ | 5 |
| Tabel 2. 2 | Sifat Mekanik Tulang Manusia ² | 7 |
| Tabel 2. 3 | Sifat Mekanik nano-Hap. ³³ | 20 |
| Tabel 2. 4 | Sifat PLLA, PDLA, dan PDLLA ³⁷ | 22 |
| Tabel 2. 5 | Sifat Mekanik PLLA ³⁸ | 23 |
| Tabel 3. 1 | Dimensi spesimen uji tarik | 45 |
| Tabel 3. 2 | Rancangan penelitian untuk <i>biodegradable bone screw</i> | 48 |
| Tabel 4. 1 | Nilai pengujian tekan komposit PLLA/nHAp dengan penambahan persentase APTES pada komposisi PLLA/nHAp 80:20..... | 58 |
| Tabel 4. 2 | Perbandingan nilai uji tekan pada komposit PLLA:nHAp dengan penambahan 5% APTES..... | 59 |
| Tabel 4. 3 | Nilai pengujian tarik komposit PLLA/nHAp dengan penambahan persentase APTES pada komposisi PLLA/nHAp 80:20..... | 61 |
| Tabel 4. 4 | Nilai pengujian tarik dengan perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp dengan penambahan 5% APTES. | 63 |
| Tabel 4. 5 | Pengaruh penambahan APTES terhadap biodegradasi pada komposisi PLLA/nHAp 80:20..... | 65 |
| Tabel 4. 6 | Pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap biodegradasi dengan penambahan 5% APTES. | 68 |
| Tabel 4. 7 | Pengaruh penambahan persentase APTES terhadap <i>degradation time</i> pada komposisi PLLA/nHAp 80:20. | 69 |

| | | |
|-------------------|--|----|
| Tabel 4. 8 | Pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap <i>degradation time</i> dengan penambahan 5% APTES. | 69 |
|-------------------|--|----|

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tulang pada tubuh manusia memegang peranan yang sangat penting karena merupakan kerangka yang memberi bentuk pada tubuh manusia dan merupakan komponen yang mendukung aktivitas dan mobilitas manusia sehari-hari. Tulang juga merupakan *reservoir* kalsium dalam tubuh, yang berkaitan erat dengan sistem pembekuan darah. Oleh karena itu, akan mengganggu aktivitas dan mobilitas jika terjadi disfungsi pada jaringan keras ini akibat kecelakaan. Penelitian di beberapa negara seperti Eropa, Amerika Serikat, dan Australia menunjukkan bahwa resiko terjadinya patah tulang tidak hanya ditentukan oleh densitas massa tulang melainkan juga oleh faktor-faktor lain yang berkaitan dengan kerapuhan fisik (*frailty*) dan meningkatkannya resiko untuk jatuh.¹Patah tulang (*fraktur*) sendiri merupakan salah satu jenis kegagalan, disfungsi tulang atau trauma tulang yang dapat disebabkan oleh cacat bawaan, penyakit, maupun karena kecelakaan. Trauma tulang dapat juga dipicu oleh faktor usia, seperti terjadinya fraktur karena osteoporosis penuaan tulang (osteoporosis).²

Salah satu strategi untuk penyembuhan kasus fraktur tulang adalah dengan melakukan fiksasi pada tulang tersebut yang bertujuan untuk menstabilkan tulang yang retak, memungkinkan penyembuhan yang cepat dari cedera tulang, dan mengembalikan mobilitas awal. Alat fiksasi patah tulang selama ini menggunakan bahan logam kaku seperti titanium, titanium-*alloy* atau kobalt krom. Meskipun paduan logam adalah bahan yang paling populer untuk material fiksasi tulang, penggunaannya dalam bidang medis menimbulkan banyak masalah. Salah satu masalah utama adalah kompatibilitasnya yang rendah dengan jaringan tulang dalam hal sifat fisik dan mekanik.³ Sehingga dalam penggunaannya diperlukan operasi kedua untuk pengangkatan alat fiksasi. Oleh karena itu, saat ini banyak dilakukan penelitian untuk alat fiksasi

dengan kompatibilitas yang tinggi dan *bioresorbable*. Ada dua jenis utama fiksasi fraktur yaitu eksternal dan internal.⁴ Fiksasi tulang secara internal sudah banyak diaplikasikan di dunia medis dengan beberapa aplikasi seperti *wire*, *pin*, *plate*, *screw*, dan *intramedullary nails or rods*. *Screw* merupakan komponen dasar pada fiksasi internal modern yang berfungsi untuk menyelaraskan dan menstabilkan fragmen tulang sepanjang penyembuhan. *Biodegradable bonescrew* terbuat dari biopolimer dan biokeramik yang *bioabsorbable* yang seharusnya *biodegradable bonescrew screw* ini dapat dengan sendirinya terdegradasi secara terukur, di mana waktu degradasinya disesuaikan dengan waktu proses penyembuhan fraktur tulang, sehingga tidak diperlukan operasi kedua kepada pasien.²

Tulang manusia merupakan material komposit yang terdiri dari komponen organik dan anorganik. Komposit merupakan suatu struktur yang tersusun atas beberapa bahan pembentuk tunggal yang digabungkan menjadi struktur baru dengan sifat yang lebih baik dibandingkan dengan masing-masing bahan pembentuknya. Biokomposit merupakan campuran dari dua atau material yang berbeda, baik berasal dari makhluk hidup atau bahan yang dapat diperbaharui, dan mempunyai sifat berbeda dari sebelumnya. Biokomposit umumnya terdiri dari dua unsur. Unsur yang berfungsi sebagai pengisi (*fillers*) yaitu serat (*fiber*) dan bahan pengikat serat-serat tersebut yang disebut matriks. Biokomposit dapat berupa gabungan diantara dua atau lebih biomaterial.⁵ Dalam fabrikasi tulang buatan, hidroksiapatit dibutuhkan sebagai *filler* penyusun komposit.⁶ Hidroksiapatit merupakan biokeramik atau senyawa organik yang memiliki kandungan terbanyak berupa kalsium fosfat. Saat ini banyak digunakan dalam dunia medis untuk aplikasi implan tulang karena memiliki sifat penting diantaranya *bioresorbable*, osteokonduktif, biokompatibel, dan tidak beracun. Untuk memenuhi kebutuhan tersebut, komposit biopolimer dan biokeramik telah banyak dikembangkan dalam pengembangan biomaterial. Saat ini, biopolimer yang sering digunakan salah satunya adalah *poly(L-lactic acid)* (PLLA). PLLA memiliki sifat

biokompatibel, *bioresorbable*, serta *disposable* atau sekali pakai. Polimer ini banyak digunakan untuk aplikasi biomedis, *packaging film*, industri otomotif, komponen elektronik, dan lain-lain. Dalam aplikasi biomedis, biasanya PLLA dimanfaatkan sebagai material *screw*, *suture anchor*, dan kaki buatan (*prostheses*). PLLA dapat memenuhi beberapa persyaratan-persyaratan dalam fabrikasi *bone tissue engineering 3D scaffolds*, salah satunya adalah *bioabsorbable*, di mana PLLA akan terserap secara enzimatik.

Permasalahan yang sering muncul pada pembuatan biokomposit adalah *mechanical bonding* antara matrik dan serat dikarenakan memiliki sifat yang berbeda. Untuk mengatasi hal tersebut perlu adanya perlakuan kimia maupun penambahan zat aditif lainnya seperti *coupling agent*.⁷ *Silane Coupling Agent* merupakan sebuah zat yang digunakan untuk memodifikasi ikatan antarmuka atau *interface* antara biopolimer dan biokeramik. Penggunaan *silane coupling agent* dapat membentuk ikatan kovalen pada permukaan dan ikatan kovalen ini dapat digabungkan dengan molekul organik lainnya membentuk ikatan kovalen yang akan mengubah kekuatan pada permukaan biokeramik sehingga modifikasi ini dapat mencegah material larut begitu saja pada cairan tubuh. Salah satu *silane coupling agent* yang digunakan yaitu *3-aminopropyltriethoxysilane* (APTES).

Terkait pembuatan *biodegradable bone screw* ini, dibutuhkan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh penambahan *silane coupling agent* pada nano-HAp bermatriks *poly(L-lactic acid)* terhadap sifat mekanik, morfologi, dan biodegradasinya.

1.2 Perumusan Masalah

Adapun rumusan masalah yang didapatkan dari latar belakang tersebut, yaitu sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh *silane coupling agent* terhadap morfologi, sifat mekanik, dan biodegradasi material *bone screw*?

2. Bagaimana pengaruh rasio komposisi PLLA/Nano HAp terhadap morfologi, sifat mekanik, dan biodegradasi material *bone screw*?

1.3 Batasan Masalah

Agar didapatkan hasil yang optimal dan sesuai dengan yang diharapkan, maka batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Temperatur lingkungan penelitian dianggap pada temperatur kamar.
2. Bentuk nano partikel hidroksiapatit diabaikan.
3. Lingkungan penelitian dianggap steril dari kontaminan.

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Menganalisis pengaruh *silane coupling agent* terhadap morfologi, sifat mekanik, dan biodegradasi material *bone screw*.
2. Menganalisis pengaruh rasio komposisi PLLA/Nano HAp terhadap morfologi, sifat mekanik, dan biodegradasi material *bone screw*.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan memiliki manfaat untuk memberikan informasi empiris mengenai pengaruh *silane coupling agent* untuk modifikasi nHAp serta komposisi PLLA/nHAp terbaik dalam proses pembuatan *biodegradable bone screw* sehingga diperoleh hasil yang lebih sesuai.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tulang

Tulang merupakan jaringan ikat, terdiri dari sel, serat, dan substansi dasar yang berfungsi untuk penyokong dan pelindung kerangka. Komposisi tulang secara umum terdiri dari 60% material anorganik, 30% organik dan 10% air.⁸ Komposisi sel tulang organik terdiri atas sel osteoblas (OB) yang merupakan sel belum matang yang membantu pembentukan tulang baru, osteosit (OS) yang merupakan sel matang yang berfungsi untuk menjaga matriks tulang, dan osteoklas (OK) yang ditemukan pada permukaan tulang yang mengalami resorpsi dan kemudian membentuk cekungan yang dikenal sebagai lakuna *Howship*.⁹

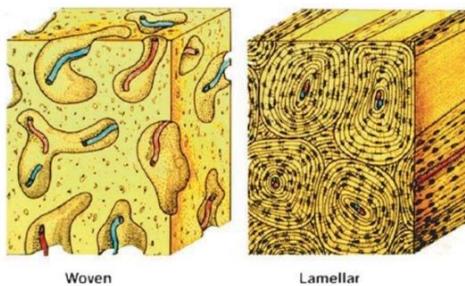
Material anorganik merupakan mineral tulang yang mengandung cukup kalsium yaitu dalam bentuk kalsium fosfat karbonat atau disebut apatit karbonat dan mineral-mineral lain. Material anorganik tulang seperti kalsium (Ca) dan fosfor (P) tersedia dalam jumlah yang sangat banyak.¹⁰ Kandungan mineral tulang manusia dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Kandungan Mineral Tulang Manusia¹¹

| Elemen Mineral | Kandungan (%) |
|----------------|---------------|
| Ca | 34.00 |
| P | 15.00 |
| Mg | 0.50 |
| Na | 0.80 |
| K | 0.20 |

| | |
|--------|-------|
| C | 1.60 |
| Cl | 0.20 |
| F | 0.08 |
| Residu | 47.62 |

Tulang merupakan sumber utama ion anorganik dan berpartisipasi aktif dalam keseimbangan kalsium/fosfat tubuh. Jaringan tulang terus terbentuk dan mengalami remodeling selama hidup. Tulang mengalami peningkatan dalam ukuran dan bentuk selama tumbuh melalui proses yang dikenal sebagai remodeling tulang.¹² Secara makroskopis, tulang dibedakan menjadi dua, yaitu tulang belum matang (*woven bone*) dan tulang matang (*lamellar bone*), seperti terlihat pada Gambar 2.1. *Woven bone* adalah bentuk tulang yang paling awal pada embrio dan selama pertumbuhannya terdiri dari jaringan kolagen berbentuk ireguler. Setelah dewasa *woven bone* diganti oleh tulang berlapis atau *lamella bone* yang terdiri dari tulang kortikal dan kancellus.¹³



Gambar 2.1 Tulang Belum Matang (*woven*) dan Tulang Matang (*lamellar*).¹¹

Tulang kancellor terdapat pada daerah metafisis, epifisis, dan pada bagian sentral tulang panjang. Tulang kancellor memiliki interkoneksi trabekula tiga dimensi yang melingkupi sumsum tulang (*bone marrow*). Tulang kortikal lebih padat serta memiliki kekuatan yang lebih tinggi dibandingkan tulang kancellor yang lebih rapuh. Tulang kortikal sendiri menyusun sebanyak 80% dari sistem tulang skeleton dewasa. Sifat mekanik pada tulang bergantung pada lokasi dan pembebanan di area masing-masing. Selain itu, sifat mekanik juga dipengaruhi oleh porositas dari masing-masing tulang. Tulang kortikal memiliki porositas 5 – 10% dengan ukuran pori sebesar 10 – 50 μm , sedangkan tulang kancellor memiliki porositas 75 – 85% dengan ukuran 300 – 600 μm .¹¹ Untuk sifat mekanik dari tulang sendiri dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2. 2 Sifat Mekanik Tulang Manusia²

| Karakteristik | Tulang Kortikal | Tulang Kancellor |
|-----------------------------------|-----------------|------------------|
| <i>Compressive Strength</i> (MPa) | 30-160 | 2-12 |
| <i>Tensile Strength</i> (MPa) | 35 – 283 | 1,5 – 38 |
| <i>Young's Modulus</i> (GPa) | 17 – 20 | 0,05 – 0,10 |
| Modulus Elastisitas (GPa) | 5 - 23 | 10-1570 |
| <i>Elongation</i> (%) | 1,1 - 2,0 | - |

2.2 Fraktur dan Fiksasi Tulang

2.2.1 Fraktur Tulang

Fraktur atau patah tulang adalah terputusnya kontinuitas tulang, kebanyakan fraktur terjadi akibat trauma, beberapa fraktur terjadi secara sekunder akibat proses penyakit seperti osteoporosis yang menyebabkan fraktur-fraktur yang patologis.¹⁴ Fraktur dibedakan menjadi dua, yaitu *incomplete fractures* yang terlihat

pada Gambar 2.2 dan *complete fractures* yang terlihat pada Gambar 2.3. *Incomplete fractures* memiliki karakteristik terjadinya retensi kontinuitas antara bagian tulang yang retak. Karena komposisi bahan organik lebih banyak pada anak-anak, maka fraktur jenis ini biasanya terjadi pada anak-anak. Dapat terjadi karena gaya tabrakan yang rendah atau benturan yang cukup lebar.¹⁵ *Incomplete fractures* terdiri dari:

1. *Bow Fractures or Plastic Deformation*
Kelengkungan tulang yang berlebihan terjadi pada kondisi ini, terjadi di salah satu tulang tubular yang panjang dan paling umum terjadi pada lengan bawah.¹⁵
2. *Toddler's Fractures*
Fraktur *non-displaced*, garis rambut, *oblique* atau spiral biasanya terjadi pada bayi dan balita yang memiliki kelainan berat yang dengan adanya riwayat cedera spesifik yang jelas atau trauma ringan. Sering terjadi pada tibia distal atau ekstremitas bawah yang lain.¹⁵
3. *Torus or Buckling Fractures*
Gaya tekan yang sering muncul di ujung tulang panjang yakni pada persimpangan metafisis dan diafisis dapat menyebabkan tekuk korteks. Dikarenakan tulang pada anak-anak sebagian besar adalah kolagen, menyebabkan fraktur ini biasa terjadi pada anak-anak.¹⁵
4. *Greenstick Fractures*
Merupakan hasil dari gaya lentur yang menempatkan satu sisi tulang dalam ketegangan sementara yang lain di kompresi. Fraktur menyudut ke arah kanan dan mengakibatkan perpecahan vertikal atau memanjang di salah satu atau kedua bagian proksimal atau distal tulang. Sisa bagian tulang yang tidak diikat tetap membungkuk. Sering terjadi pada tulang iga pada anak-anak.¹⁵
5. *Depressed Fractures*
Pukulan langsung dapat menyebabkan "*caving-in*" dari korteks tulang. Dapat menghasilkan depresi pada

tengkorak pada saat area *metaphyseal* tulang mengalami *trabecular collapse*.¹⁵



Gambar 2.2 Klasifikasi *Incomplete Fractures*¹⁵

Complete fractures dapat ditandai dengan adanya diskontinuitas dua fragmen atau lebih, terdiri dari fraktur tertutup dan terbuka. Fraktur tertutup merupakan fraktur yang tidak melibatkan gangguan pada kulit di atas tempat terjadinya fraktur. Sedangkan fraktur terbuka dapat melibatkan kulit yang berada di atasnya ikut terganggu. Klasifikasi *complete fractures* antara lain:

1. *Transverse Fractures*

Sisi cembung tulang mengalami tegangan ekstrim dan sisi cekung tulang mengalami kompresi. Sisi tulang cembung yang mengalami retakan pertama kali dikarenakan tulang lebih tahan terhadap adanya kompresi. Dapat terjadi pada sudut kanan yang memanjang ke arah kiri, dan tulang bagian lapisan terluar cepat mengalami kerusakan karena mendapatkan beban tekanan yang maksimum. Hal ini akan mengakibatkan mengecilnya luas penampang dan gaya yang bekerja pada sisa segmen tulang semakin besar.¹⁵

2. *Oblique Fractures*

Lokasi garisnya berupa diagonal di diafisis biasanya sekitar 45° .¹⁵

3. *Spiral Fractures*

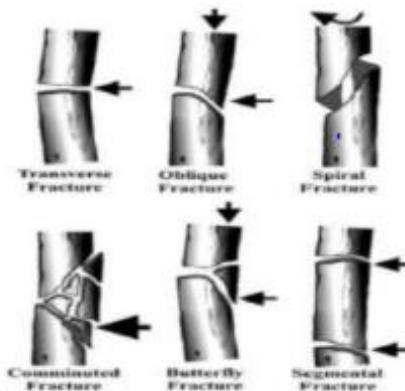
Adanya gaya rotasi pada tulang, retakan akan mengikuti puncak beban tarik di sekitar tulang yang akan mengakibatkan patahan membentuk spiral.¹⁵

4. *Comminuted Fractures*

Tingkat kekuatan yang relatif tinggi menyebabkan tulang akan mengalami fraktur dan terpecah menjadi lebih dari dua fragmen.¹⁵

5. *Epiphyseal Fractures*

Epifisis dibagi menjadi dua yaitu yang membentuk ujung artikular yang disebut tekanan epifisis dan asal dan tempat penyimpanan tulang yang disebut epifisis traksi. Lempong pertumbuhan tulang rawan yang ada di antara diafisis dan epifisis mengkategorikan kedua epifisis tersebut. Jika lempeng tersebut cedera, dapat menghancurkan epifisis.¹⁵



Gambar 2.3 Klasifikasi *Complete Fractures*¹⁵

2.2.2 Fiksasi Tulang

Fiksasi fraktur tulang memiliki tujuan yaitu untuk menstabilkan tulang yang retak, memungkinkan penyembuhan yang cepat dari cedera tulang, dan mengembalikan mobilitas awal. Ada dua jenis utama fiksasi fraktur yaitu eksternal dan internal.⁴ Fiksator eksternal menyediakan fiksasi fraktur berbasis pada prinsip *splinting*. Mereka adalah satu-satunya sistem yang memungkinkan ahli bedah untuk mengontrol fleksibilitas fiksasi. Fiksator eksternal adalah standar dalam mengobati fraktur terbuka dengan cedera jaringan lunak substansial yang memerlukan prosedur vaskular, *fasciotomy*, *soft-tissue flaps*, atau *multiple debridement*.⁴

Fiksasi internal memiliki tujuan adalah pencapaian yang cepat dan, jika mungkin, fungsi penuh dari anggota tubuh yang cedera, dengan rehabilitasi pasien yang cepat. Selain itu banyak perangkat yang digunakan untuk fiksasi internal, seperti *wires*, pins dan *screws*, *plates*, dan *intramedullary nails or rods*. Staples dan klem juga kadang-kadang digunakan untuk osteotomi atau fiksasi fraktur. Cangkok tulang *autogenous*, *allografts*, dan pengganti cangkok tulang sering digunakan untuk pengobatan tulang cacat dengan berbagai penyebab. Berikut macam-macam fiksasi fraktur tulang secara internal:

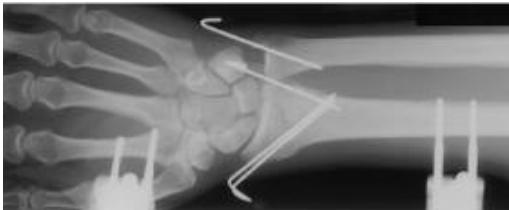
1. *Wire*

Wire memiliki berbagai diameter dan dapat dikepang. *Wire* sering digunakan untuk memasang kembali fragmen tulang yang telah diosteotomi (yaitu, trokanter mayor atau olekranon). Dalam kombinasi dengan pin atau sekrup, *wire* digunakan untuk membuat pita ketegangan, yang menggunakan kekuatan otot yang mengganggu untuk menciptakan kompresi di lokasi fraktur. *Wire* digunakan untuk menjahit tulang dan jaringan lunak, dan dapat putus. Namun, jika tidak ada kehilangan posisi fragmen tulang, kerusakan *wire* biasanya tidak terlalu signifikan. *Wire cerclage* melingkar biasanya digunakan bersama dengan fiksasi intramedulla untuk menstabilkan fragmen tulang

panjang. Salah satu komplikasi potensial dengan *wire cerclage* adalah gangguan suplai darah periosteal dengan osteonekrosis berikutnya atau fraktur *non union*.

2. Pin

Ada berbagai fiksasi pin yang digunakan dalam praktek ortopedi. Fiksasi pin dapat halus atau berulir dan dibuat dalam banyak ukuran. Di antara yang paling umum digunakan adalah *Kirschner (K) wires* dan *Steinman pins* pada Gambar 2.4. Perangkat ini digunakan untuk fiksasi sementara dari fragmen fraktur selama pengurangan fraktur dan sebagai panduan untuk penempatan akurat dari kanulasi sekrup yang lebih besar. *Kirschner* yang ditempatkan umumnya menonjol melalui kulit untuk kemudahan pengeluaran nantinya. Kadang-kadang pin digunakan untuk perawatan fraktur definitif dan harus diawasi untuk migrasinya. *Steinman Pin* juga kadang-kadang digunakan untuk arthrodesis pergelangan tangan.⁴



Gambar 2.4 *Kirschner Wires dan Steinman Pins*⁴

3. Plate

Penggunaan *plate* dalam fiksasi fraktur dapat membantu membatasi kebengkokan, rotasi, dan beban aksial di seluruh lokasi terjadinya fraktur. ASIF telah mengembangkan berbagai pelat, yang sebagian besar dapat digunakan untuk fiksasi fraktur kaku dan fleksibel. Mayoritas pelat ini terbuat dari stainless steel atau titanium. Dengan fiksasi fleksibel, fragmen fraktur berpindah dalam hubungannya satu sama lain ketika beban

diterapkan di seluruh lokasi fraktur. Fiksasi fraktur dianggap fleksibel jika memungkinkan gerakan antar fragmen yang cukup besar di bawah beban fungsional. Penyembuhan fraktur dengan fiksasi fleksibel biasanya terjadi melalui pembentukan kalus. Namun, meskipun fiksasi fraktur fleksibel digunakan secara luas, fiksasi fraktur kaku dengan pelat dan sekrup masih memiliki tempat penting dan diinginkan untuk fraktur yang melibatkan permukaan artikular. Dengan pelat dan *screw*, stabilitas lengkap mengurangi regangan di lokasi fraktur sedemikian rupa sehingga memungkinkan penyembuhan langsung tanpa pembentukan kalus yang terlihat.

4. *Screw*

Fiksasi fraktur tulang secara internal seperti *plate* dan *screw* pada Gambar 2.5 berfungsi untuk menyelaraskan dan menstabilkan fragmen tulang sepanjang penyembuhan. Bahan yang digunakan oleh *plate* dan *screw* ini biasanya terbuat dari logam inert yang *non degradable*. Bahan ini awalnya dipilih untuk kekuatan dan efek biokompatibilitasnya. Namun, dengan perkembangan ilmu bahan ini telah terbukti menyebabkan komplikasi jangka panjang seperti gangguan pertumbuhan tulang anak-anak, nyeri, iritasi jaringan, infeksi, bahkan dapat terjadi fraktur ulang pada tulang. Sehingga untuk menghindari komplikasi tersebut maka dilakukan pembedahan kedua.¹⁶



Gambar 2.5 Penggunaan *Screw* dengan *Plate*.⁴

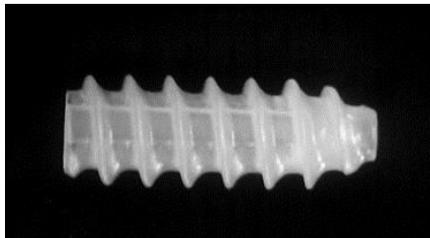
5. *Intramedullary Nails or Rods*

Intramedullary nailing adalah pengobatan standar untuk fraktur diafisis tulang paha dan tibia. *Nails* atau badan *rods intramedulla* memungkinkan penumpukan berat dini. Lokasi *nail intramedullary* memberikan posisi biomekanis yang optimal untuk tahan torsi dan lentur.⁴ Kondisi yang dibutuhkan untuk keberhasilan pada teknik ini adalah adanya perlindungan vaskularisasi ekstremitas yang terkena, menghindari fraktur yang berlebih dan penanganan yang hati-hati terhadap jaringan lunak disekitar. Jenis *nail* atau ukuran panjang dan diameter *nail* yang digunakan harus sesuai pada jenis tulang.¹⁷ Potensi komplikasi dengan *rods intramedullary* adalah berubahnya panjang tulang, gangguan dari situs fraktur, fraktur perangkat keras, melonggarnya perangkat keras, dan infeksi. Kontraindikasi untuk *nails intramedullary* adalah infeksi lokal atau sistemik, fraktur femoralis pada pasien dengan banyak luka, trauma paru yang stabilisasi sementara dengan perangkat fiksasi eksternal yang dianjurkan, dan fraktur metafisis yang difiksasi dengan sekrup yang saling mengunci mungkin tidak cukup untuk mengendalikan ketidakselarasan.⁴

2.3 *Biodegradable Bone Screw*

Meskipun paduan logam adalah bahan yang paling populer untuk implan struktural, penggunaannya dalam bidang medis menimbulkan banyak masalah. Salah satu masalah utama adalah kompatibilitasnya yang rendah dengan jaringan tulang dalam hal sifat fisik dan mekanik dan reaksi alergi sesekali juga merupakan kelemahan logam dalam aplikasi medis.³ Implan yang dapat diserap secara biologis (*bioabsorbable*) menimbulkan harapan dari adanya kekurangan dari implan logam.¹⁸

Bioabsorbable implan akan terdegradasi seiring waktu (*biodegradable*) dan secara bertahap memungkinkan pemuatan tulang dan jaringan lunak, sehingga tidak diperlukan pengangkatan implan pada kemudian hari.¹⁸ *Biodegradable bone screw* di desain dengan tujuan untuk membuat *screw* yang ramah secara radiologis, mampu memberikan fiksasi yang kuat pada tulang, dan dapat mengalami resorpsi untuk digantikan oleh jaringan tulang.¹⁹

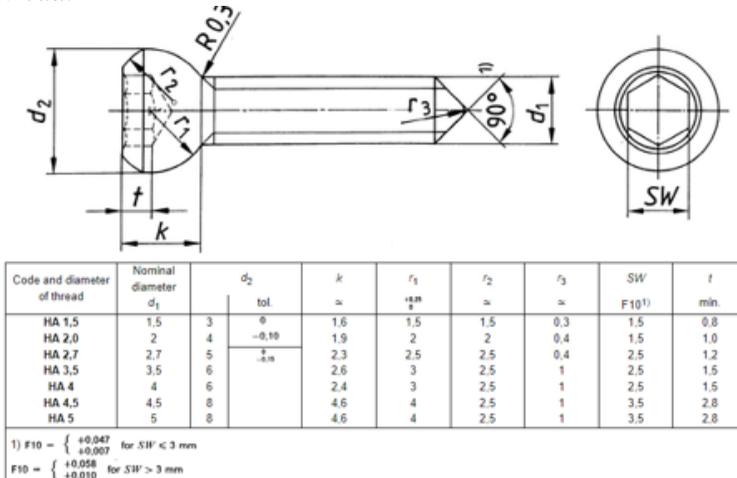


Gambar 2.6 *Biodegradable Bone Screw*²⁰

Seperti pada Gambar 2.6, *biodegradable bone screw* terbuat dari biopolimer dan biokeramik yang *bioabsorbable* dimana seharusnya memberikan fiksasi mekanik yang memadai, benar-benar terdegradasi, dan sepenuhnya dapat digantikan oleh tulang.²⁰

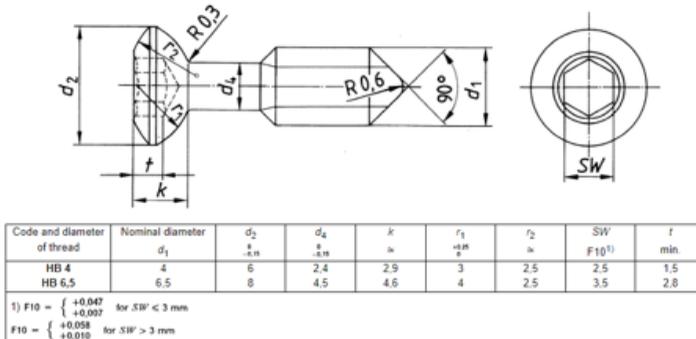
Geometri dari *screw* merupakan penentu kekuatan yang penting selain dari jenis material. Beberapa aspek geometri *screw* yang perlu diperhatikan adalah seperti diameter ulir, ukuran celah, diameter dalam/ inti, panjang *screw*, geometri penopang, dan mekanisme penggerak. Secara umum, peningkatan luas permukaan

ulir terhadap tulang menghasilkan peningkatan kekuatan fiksasi.²⁰ Bentuk ulir harus simetris untuk menghadapi tekanan yang diberikan oleh tulang dan ulir *screw* yang lebih kecil memiliki kekuatan penyisipan torsi yang lebih rendah dibandingkan dengan ukuran ulir yang lebih besar.²¹ Untuk panjang *screw*, semakin panjang dan lebar *screw*, maka fiksasinya akan lebih baik.²² Untuk *biodegradable bone screw* didesain dengan standar ISO 58355:1991 yang dibagi menjadi 2 yaitu *screw* dengan *shallow thread* dan *screw* dengan *deep thread*. Pada Gambar 2.7 di bawah ditunjukkan dimensi dan toleransi untuk *screw* dengan *shallow thread*.



Gambar 2.7 Dimensi dan toleransi *screw* dengan *shallow thread*.²³

Pada Gambar 2.8 di bawah ditunjukkan dimensi dan toleransi untuk *screw* dengan *deep thread*.



Gambar 2. 8 Dimensi dan toleransi *screw* dengan *deep thread*.²³

2.4 Analisis Gaya antara *Screw* dan Tulang

Dalam pembuatan alat fiksasi tulang salah satunya yaitu *biodegradable bone screw* perlu diperhatikan beberapa gaya yang bekerja antara *screw* dan tulang. Ketika diaplikasikan, diantaranya yaitu gaya *compression*, *tension*, *shear*, *bending*, dan *torsion*. Pada gaya *bending* akan menghasilkan *tension stress* pada satu sisi dan *compressive stress* pada sisi lain pada satu struktur aplikasi implan.²⁴

Proses pembuatan *biodegradable screw* sebagai alat fiksasi tulang mengharuskan terciptanya *screw* yang memiliki kekuatan yang cukup saat diaplikasikan hingga jaringan di sekitarnya sembuh dan *screw* dapat diserap oleh tubuh tanpa bersifat toksik.²⁵ Dalam pembuatan *biodegradable bone screw*, ukuran diameter sangat berpengaruh dimana terdapat dua diameter, yaitu *core diameter* dan *inner diameter* dari *screw* yang mana berpengaruh pada kekuatan tarikan (*pullout strength*) dari *screw*. Selain itu ulir (*thread*) juga berpengaruh terhadap *pullout strength* yang mana pada sudut 30° dapat menyeimbangkan gaya tarik dari tulang penerima.²⁵

Pengaplikasian *screw* sebagai alat fiksasi fraktur tulang berdasarkan spektrum distribusi tegangan *von Mises*, memiliki tegangan maksimum sebesar 473 MPa. Tegangan pada *screw* ini

seharusnya 30% lebih besar dari tegangan *plate* yang digunakan saat fiksasi dikarenakan fungsi dari *screw* yaitu sebagai pengunci.²⁶ Ketika *screw* yang digunakan sebagai implan mengalami deformasi, maka akan menyebabkan kekuatan tulang berkurang.

2.5 Biomaterial

American National Institute of Health menggambarkan biomaterial sebagai zat atau kombinasi dari zat, selain obat-obatan, baik yang berasal dari sumber sintetik atau alami, yang dapat digunakan untuk setiap periode waktu untuk menambah atau menggantikan sebagian atau seluruh jaringan, organ atau fungsi tubuh, yang bertujuan untuk mempertahankan atau meningkatkan kualitas hidup individu.²⁷ Secara umum, biomaterial sendiri banyak digunakan pada suatu perangkat medis dan mampu berinteraksi dengan sistem biologis.²⁸

Setiap biomaterial memiliki sifat biokompatibilitas yang merupakan kemampuan suatu material untuk bekerja selaras dengan tubuh tanpa menimbulkan efek lain yang berbahaya. Jenis-jenis biomaterial antara lain biokeramik, biopolimer, biokomposit, dan biologam.²⁹ Masing-masing jenis biomaterial mempunyai sifat yang berbeda sesuai dengan fungsi atau kegunaannya. Beberapa contoh dari pengaplikasian biomaterial ini yaitu sebagai *drug-delivery*, terapi gen, perancah untuk rekayasa jaringan, pengganti bagian tubuh, serta alat biomedis dan bedah.³⁰

Biomaterial yang digunakan dan diimplantasikan kedalam tubuh manusia, akan menimbulkan suatu respon jaringan tempat dimana biomaterial tersebut diimplantasikan. Respon tersebut dikategorikan menjadi salah satu dari empat respon yaitu pertama jika material tersebut bersifat toksik maka jaringan sekelilingnya mati (*nekrosis*). Kedua jika material bersifat inert secara biologi maka timbul semacam jaringan ikat di sekeliling jaringan material implan terutama untuk material berbahan logam dan polimer. Ketiga jika material bersifat bioaktif maka terbentuk ikatan antarmuka (*interfacial bond*) antara implan dan jaringan, dan keempat jika material bersifat *resorbable* maka material tersebut

akan larut dan jaringan di sekelilingnya akan menggantikan setelah periode tertentu. Oleh karena itu, biomaterial yang akan digunakan dalam suatu perangkat medis khususnya implan setidaknya mempunyai satu atau lebih dari sifat-sifat berikut : *non-toxic* yaitu tidak bersifat racun terhadap tubuh, *bioaktif* yaitu terjadinya interaksi antara implan dan tubuh, *bioresorbable* yaitu sifat mampu diserap pada jaringan biologis, *biocompatible* yaitu kemampuan untuk menyesuaikan dengan tubuh, *bioinert* yaitu biomaterial yang tidak berpengaruh atau tidak terdapat interaksi antara implan dan tubuh, dan osteokonduktif yaitu kemampuan untuk merangsang sel-sel osteoblas pada jaringan keras.³¹

2.6 Nano HAp

Komposit merupakan suatu struktur yang tersusun atas beberapa bahan pembentuk tunggal yang digabungkan menjadi struktur baru dengan sifat yang lebih baik dibandingkan dengan masing-masing bahan pembentuknya. Digabungkannya beberapa ini dalam upaya untuk meningkatkan sifat keunggulan dari material penyusun sehingga memiliki sifat yang lebih baik. Dalam fabrikasi tulang buatan, hidroksiapatit dibutuhkan sebagai *filler* penyusun komposit.⁶

Hidroksiapatit (HAp) adalah biokeramik atau senyawa anorganik yang mempunyai kandungan terbanyak berupa kalsium fosfat. Tulang dan gigi manusia mengandung Hidroksiapatit dengan rumus kimianya $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Komposisi hidroksiapatit dalam tulang sebesar 65-70% dan dalam gigi sebesar 90-95%. Komposisi hidroksiapatit murni sebesar 39.68% Ca dan 18.54% P, perbandingan Ca/P sebesar 2.151, perbandingan molar Ca/P sebesar 1.67, dan titik leleh sebesar 1670 °C.³²

Menurut Gergely et al. (2010)³³, HA bersifat bioaktif yang akan mendukung pertumbuhan tulang dan osteokonduktif ketika diaplikasikan pada ortopedik seperti gigi atau rahang. HA dapat dijadikan alternatif sebagai material implan tulang, karena adanya ikatan osteoblas yang akan membentuk jaringan tulang yang baru. Sifat-sifat dari biokeramik hidroksiapatit adalah berpori, terserap

tulang, bioaktif, tidak korosi, inert, dan tahan aus. Hidroksiapatit mempunyai kandungan kimia yang sama dengan tulang yaitu kalsium dan fosfat, sehingga mampu berikatan secara langsung dengan jaringan tubuh makhluk hidup. Selain itu, hidroksiapatit juga bersifat *resorbable* maka akan larut dan jaringan di sekelilingnya akan menggantikannya setelah beberapa periode. Material biokeramik hidroksiapatit baik berbahan dasar komersial maupun berbahan mineral alam yang memenuhi standar medis berbentuk serbuk, bahan berpori, bahan padatan, atau bahan komposit. Biomaterial hidroksiapatit dapat dihasilkan dari koral laut dan batu gamping, yaitu dengan mengambil kadar unsur kalsium dan mineral tersebut, kemudian dengan penambahan unsur fosfat untuk dibentuk hidroksiapatit. Teknik yang digunakan adalah teknik sol gel yaitu proses kimia berupa hidrolisis dan kondensasi yang melibatkan transisi material. Pada proses ini, partikel padatan dalam pelarut cair diubah menjadi bentuk gel. Pada proses ini dihasilkan perbandingan molar Ca/P adalah 1.67. Sifat mekanik hidroksiapatit dapat dilihat pada Tabel 2.3 di bawah ini.

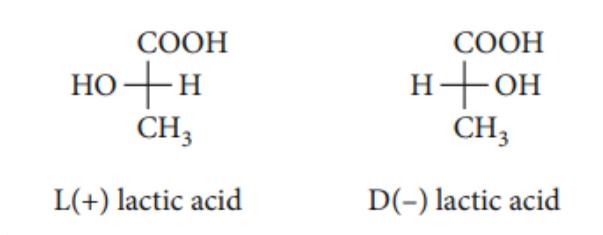
Tabel 2.3 Sifat Mekanik nano-Hap.³⁴

| Sifat | Nano-HAP Padat | Nano-Hap Berpori |
|-----------------------------------|----------------|------------------|
| <i>Bending Strength</i> (MPa) | 38 – 250 | 2 – 11 |
| <i>Compressive Strength</i> (MPa) | 120 – 900 | 2 – 100 |
| <i>Tensile Strength</i> (MPa) | 38 – 300 | ~3 |
| <i>Young's Modulus</i> (GPa) | 35 – 117 | - |

2.7 PLLA

Poly (*lactic acid*) (PLA) adalah polimer *biodegradable* dengan daya terbarukan dan kemampuan proses yang baik.³⁵ Poly

(*lactic acid*) (PLA) memiliki karbon kiral, polimernya harus memiliki berbagai isomer konfigurasi yang terdiri dari unit enansiomer D- dan L-*lactic acid* dalam urutan dan rasio yang berbeda (kemurnian optik yang berbeda dari unit). L-*lactic acid* merupakan enansiomer natural yang terdapat pada manusia dan makhluk hidup pada umumnya. Pada tubuh, L-*lactic acid* dikonversikan menjadi glikogen dalam organ hati atau terlibat dalam *tricarboxylic acid cycle* dan dieksresikan dari paru-paru sebagai air dan karbon dioksida. Sedangkan D-*lactic acid* tidak terlibat pada proses metabolisme di dalam tubuh makhluk hidup dan dapat menjadi *metabolite* beracun yang merusak kesehatan dan memperparah patologi lainnya.^{36,37} Gambar 2.9 menunjukkan struktur kimia dari L-*lactic acid* dan D-*lactic acid*.



Gambar 2.9 L-*Lactic Acid* dan D-*Lactic Acid*

Isomer ini secara umum disebut Poly (*lactic acid*) atau polilaktida, yang disingkat sebagai PLA atau polimer PLA. Polimer enansiomer yang hanya terdiri dari unit L dan D umumnya disebut Poly (L-*lactic acid*) (PLLA) dan Poly (D-*lactic acid*) (PDLA), sedangkan polimer rasemat terdiri dari urutan acak dari kedua enansiomer unit disebut Poly (DL-*lactic acid*) (PDLLA), menunjukkan karakter yang sama sekali berbeda. Tabel 2.4 menunjukkan sifat kimia dan sifat fisika dari stereoisomer *poly(lactic acid)*.

Tabel 2.4 Sifat PLLA, PDLA, dan PDLA³⁸

| Sifat | PLLA | PDLA | PDLA |
|--|---|-------------|-------------|
| Solubilitas | Semua dapat larut dalam kloroform, <i>benzene</i> , <i>acetonitrile</i> , <i>tetrahydrofuran</i> , dan <i>dioxane</i> . | | |
| Struktur Kristal | Semikristalin | Kristalin | Amorf |
| T _m (°C) | 38 – 300 | ~3 | Bervariasi |
| T _g (°C) | 35 – 117 | - | Bervariasi |
| <i>Half-Life</i> dalam 37°C <i>Normal Saline</i> | 4 – 6 bulan | 4 – 6 bulan | 2 – 3 bulan |
| Elongasi Saat Patah (%) | 20 – 30 | 20 – 30 | Bervariasi |

Polimer PLA sebagian besar terkait dengan modifikasi polimer PLLA semikristalin, yang sifatnya sedikit lebih rendah daripada polimer berbasis minyak konvensional yang digunakan sebagai bahan struktural. PLLA merupakan jenis polimer alifatik yang bersifat termoplastik. PLLA mengundang perhatian besar karena memiliki sifat biokompatibel, *bioresorbable*, serta *disposable* atau sekali pakai. Polimer ini banyak digunakan untuk aplikasi biomedis, *packaging film*, industri otomotif, komponen elektronik, dan lain-lain. Dalam aplikasi biomedis, biasanya PLLA dimanfaatkan sebagai material *suture anchor*, kaki buatan (*prostheses*), *fracture fixation*, *screw*, *scaffolds*, dan *bone graft material*.

Karena laju kristalisasi PLLA sangat lambat, proses lelehan PLLA umumnya menghasilkan bahan seperti kaca, yang sering menyebabkan kristalisasi dingin tiba-tiba dengan penurunan sifat yang tidak menguntungkan. Oleh karena itu, penambahan nukleator kristal dan aditif lainnya sangat penting untuk meningkatkan kinetika kristalisasi PLLA. Karakteristik PLLA yang lemah secara intrinsik berasal dari temperatur lelehnya yang relatif rendah (T_m = 160-180°C) dan temperatur *glass transition* (T_g= 60°C). Sifat mekanik yang dimiliki PLLA cukup baik

sehingga PLLA seringkali digunakan dalam *load-bearing scaffolds*. Tabel 2.5 menunjukkan sifat mekanik dari PLLA.

Tabel 2.5 Sifat Mekanik PLLA³⁹

| Sifat | Nilai |
|-----------------------------------|----------|
| <i>Compressive Strength</i> (MPa) | 80 – 500 |
| <i>Tensile Strength</i> (MPa) | 45 – 70 |
| <i>Young's Modulus</i> (GPa) | 2,7 |
| Elongasi (%) | 5 – 10 |
| Degradasi (Bulan) | >24 |

2.8 *Coupling Agent*

2.8.1 Pengertian *Coupling Agent*

Ikatan komposit antara dua material terdapat pada daerah sempit yang dimana komposisi kimia dari dua fasa berbeda membentuk ikatan satu sama lain. Ikatan tersebut memegang peranan penting dalam suatu sifat mekaniknya. Suatu komposit tersusun dari fasa *continuous* (matriks) dan fasa *discontinuous* (penguat).⁴⁰ Area di antara matriks dan penguat inilah yang disebut sebagai *interface* yang membentuk suatu ikatan. Salah satu langkah untuk meningkatkan ikatan antara dua fasa yang berbeda, diperlukan suatu jembatan yang menyambungkan keduanya, bisa disebut sebagai *coupling agent*.

Coupling agent merupakan polimer yang merekatkan *inorganik filler* dengan polimer matriks. Biasanya digunakan untuk menstabilkan ikatan antara dua atau lebih yang seharusnya tidak dapat berikatan diantara permukaan.⁴¹ *Coupling agent* dapat memberikan adhesi antara *interface* serat dan matrik yang mampu mengubah permukaan serat menjadi *hydrophobic* sehingga mengikat polimer dengan baik dan memberikan dampak pada peningkatan kekuatan.⁴²

Mekanisme dari *coupling agent* yaitu mengurangi pemanjangan saat keretakan, menyebabkan *filler* memiliki fleksibilitas dan kekerasan yang amat tinggi. Biasanya *filler* pada umumnya kurang cocok pada polimer karena sifatnya yang

berbeda dengan polimer sehingga cenderung menolak polimer. Dengan adanya *coupling agent* maka mengurangi penolakan antara polimer dengan *filler*. Sehingga *filler* akan lebih melekat dengan matriks polimer dan menghasilkan sifat yang baru dari campuran akhir.



Gambar 2. 10 Komposit Menggunakan *Coupling Agent*⁴²



Gambar 2. 11 Komposit Tidak Menggunakan *Coupling Agent*⁴²

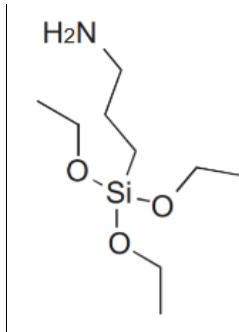
Gambar 2.10 dan 2.11 menunjukkan hasil pengujian SEM dimana terdapat perbedaan antara komposit dengan menggunakan *coupling agent* dan tanpa menggunakan *coupling agent*. Dari pengamatan tersebut, interaksi antara serat dengan polimer tanpa menggunakan *coupling agent* cenderung rendah. Hal ini

ditunjukkan pada serat dan polimer yang tidak berikatan. Sedangkan jika menggunakan *coupling agent*, ikatan antara serat dengan polimer saling berikatan dan berinteraksi satu sama lain.

2.8.2 *Silane Coupling Agent*

Silane dikenal sebagai agen kopleng efisien yang banyak digunakan dalam komposit dan formulasi perekat.⁴³ *Silane coupling agent* merupakan tipe *coupling agent* yang paling banyak digunakan dalam penelitian, karena ia memiliki 3 kelebihan utama, yaitu kelimpahan yang massif secara komersial, memiliki gugus fungsi *alkoxysilane*, serta dapat berikatan dengan hampir semua polimer atau mineral dalam komposit.⁴⁴ *Silane* merupakan senyawa yang terdiri atas silikon dan hidrogen dengan formula $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$. *Silane coupling agent* bekerja pada *interface* antara bagian anorganik dan bahan organik untuk mengikat atau menggabungkan dua material yang tidak sama. Salah satu faktor yang mempengaruhi ikatan adalah perpindahan air ke permukaan hidrofilik. Air yang masuk *interface* kedua zat merusak ikatan antara polimer dan penguatnya tetapi sebuah *coupling agent* menciptakan sebuah ikatan anti air bahan anorganik dan organik. *Silane coupling agent* memiliki sifat fisik dan kimia yang tidak hanya meningkatkan kekuatan ikatan tetapi juga mencegah debonding antarmuka selama komposit digunakan.

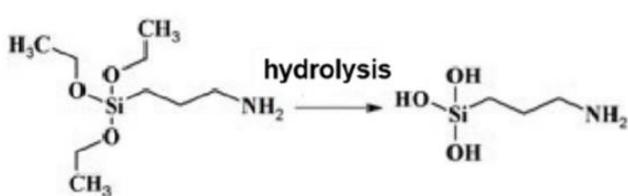
3-aminopropyltriethoxysilane (APTES) merupakan salah satu *silane coupling agent*. Struktur kimia dari APTES sendiri dapat dilihat pada Gambar 2.12 APTES memiliki tiga grup *ethoxy* yang dapat berikatan kovalen, membentuk *horizontal polymerization*, serta *multilayer*.



Gambar 2. 12 Struktur Kimia APTES⁴⁵

Keberadaan amino dalam APTES dapat berikatan dengan ikatan hidrogen pada gugus *silanol* yang terbentuk setelah hidrolisis APTES. Gugus amino yang terdapat pada modifikasi suatu permukaan dapat dimanfaatkan untuk fungsionalisasi berikutnya, contohnya adalah berikatan dengan fasa material yang berbeda.^{45,46}

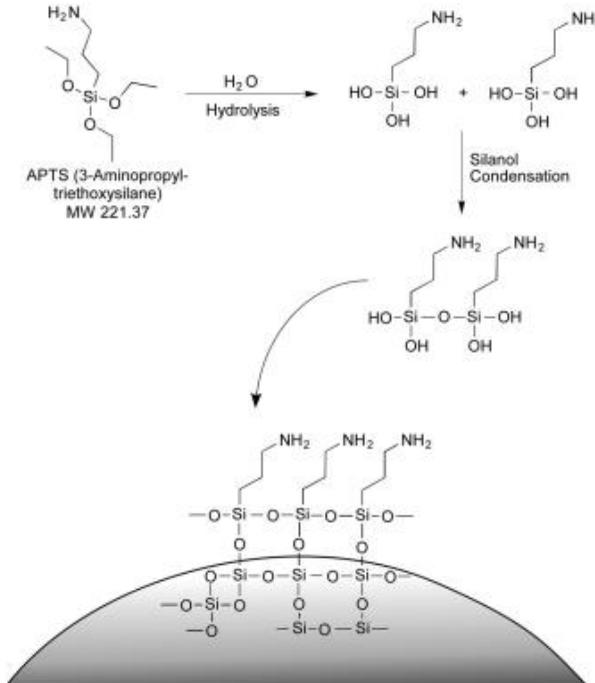
Pada dasarnya, modifikasi permukaan HAP ini memanfaatkan reaksi hidrolisis dan kondensasi pada APTES untuk dapat berikatan dengan gugus hidroksil pada HAP. Reaksi hidrolisis yang ditunjukkan pada Gambar 2.13 menghasilkan formasi silanol dengan mencampurkan *coupling agent* dengan campuran etanol dan air. Bergantung pada struktur molekul dari *coupling agent*, *aminosilanes* hanya membutuhkan waktu 15 menit untuk reaksi hidrolisis serta cukup dalam kondisi pH netral.⁴⁷



Gambar 2. 13 Formasi Silanol.⁴⁸

Silanol yang terbentuk dari hidrolisis kemudian digunakan untuk reaksi kondensasi. Dalam lingkungan basa dengan pH 9-10,

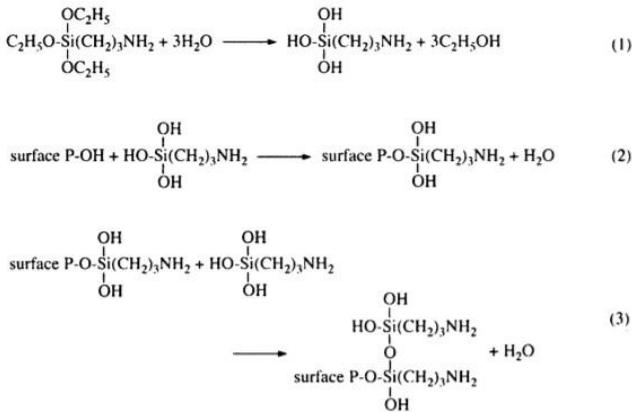
siloxanol dapat terbentuk karena adanya silanol yang terbentuk sebelumnya. *Siloxanol* ini membentuk ikatan horizontal panjang yang menutupi permukaan HAp. Gugus amino APTES mengarah ke luar permukaan dan kemudian dapat digunakan untuk mengikat polimer. Gambar 2.14 menunjukkan skema hubungan antara APTES dan HAp.



Gambar 2.14 Skema Hidrolisis dan Kondensasi APTES pada Permukaan Silika.⁴⁹

Permukaan yang dimodifikasi dengan *silane coupling agent* dapat meningkatkan kompatibilitas antara biopolimer dan biokeramik secara efektif, serta tetap dapat membentuk permukaan yang memadai untuk pertumbuhan sel.⁵⁰ Biokeramik yang dimodifikasi dengan *silane coupling agent* menciptakan ikatan

kovalen yang kuat pada permukaannya dan juga berikatan dengan molekul organik. Hal ini dapat mencegah material untuk tersapu oleh *body fluid* ketika ditransplantasikan ke dalam tubuh. Sehingga suatu komposit yang dimodifikasi *silane coupling agent* memiliki biodegradasi yang lebih lama. Untuk reaksi kimia dari modifikasi permukaan nano HAp dengan menggunakan APTES terlihat pada gambar 2.15 di bawah.



Gambar 2. 15 Reaksi APTES pada modifikasi permukaan nano hidroksiapatit⁵¹

3-aminopropyltriethoxysilane (APTES) memiliki rumus kimia $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ dan pada gambar reaksi di atas, gugus etoksi ($-\text{OC}_2\text{H}_5$) dari APTES terhidrolisis membentuk gugus Si-OH melalui reaksi (1). Kemudian gugus P-OH pada permukaan HAp bereaksi dengan gugus Si-OH yang dihasilkan pada proses hidrolisis untuk menghasilkan gugus P-O-Si(OH)₂(CH₂)₃NH₂ dan H₂O melalui reaksi kondensasi (2). Pada reaksi (3) gugus -Si-OH permukaan nano hidroksiapatit yang terbentuk bereaksi dengan gugus Si-OH dari APTES dan membentuk ikatan Si-O-Si serta membentuk ikatan horizontal panjang yang menutupi permukaan HAp.⁵¹ Gugus amino (NH₂) APTES mengarah ke luar permukaan

dan kemudian dapat digunakan untuk mengikat polimer seperti pada Gambar 2.13.⁵²

2.9 *Molding*

Salah satu cara dalam pembuatan *biodegradable bone screw* adalah dengan menggunakan *molding*. *Molding* atau *mold* merupakan cetakan yang digunakan untuk membentuk suatu material menjadi bentuk yang diinginkan dan merupakan bagian penting untuk mencetak *biodegradable bone screw*.⁵³ *Mold* sendiri memiliki rongga di dalamnya yang akan diisi dengan material cair dan cairan tersebut akan mengeras sesuai bentuk rongga di dalam *mold*. Salah satu cara dalam pembuatan *mold* dapat dilakukan dengan menggunakan material *silicon rubber*. *Silicon rubber* digunakan sebagai material yang tahan panas dan merupakan salah satu jenis polimer sintetik yang memiliki beberapa sifat fisik yang tidak ditemukan pada jenis polimer sintetik lainnya. Beberapa kelebihan yang dimiliki oleh *silicon rubber*, yaitu memiliki ketahanan terhadap panas hingga 250°C, tahan terhadap bahan kimia, dan tidak beracun.⁵⁴ Selain itu *silicon rubber* juga memiliki sifat yang anti lengket pada permukaannya dan elastisitas, dimana sifat tersebut sangat cocok digunakan untuk material *mold* dalam pembentukan *biodegradable bone screw* agar dalam prosesnya material *bone screw* mudah dikeluarkan dari cetakan atau *mold* nya.

2.10 Penelitian Sebelumnya

Penelitian sebelumnya yang mendasari penelitian ini ditampilkan pada Gambar 2.16.

| | |
|------|---|
| 1996 | <ul style="list-style-type: none"> • Dupraz <i>et al.</i> Modifikasi permukaan HA dengan <i>silane coupling agent</i>. |
| 2016 | <ul style="list-style-type: none"> • Solechan <i>et al.</i> Pengaruh perbandingan PLLA/nHAp bovine terhadap sifat mekanik komposit. |
| 2015 | <ul style="list-style-type: none"> • Riska <i>et al.</i> Pengaruh penambahan <i>silane coupling agent</i> dalam pembuatan komposit. |
| 2015 | <ul style="list-style-type: none"> • Astabi Alip <i>et al</i> Pengaruh konsentrasi <i>silane coupling agent</i> terhadap sifat tarik komposit |
| 2021 | <ul style="list-style-type: none"> • Hafizh H Modifikasi permukaan HAp dengan <i>silane coupling agent</i> dan sintesis PLLA/nHAp dengan porogen |

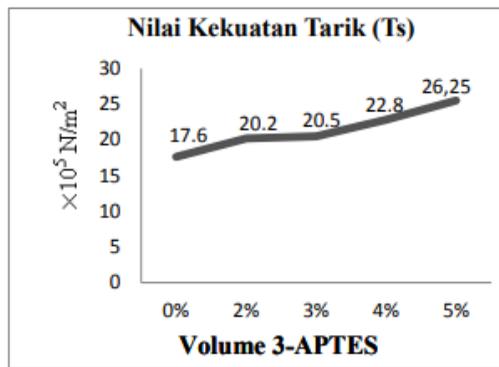
Gambar 2. 16 Penelitian Sebelumnya

Dupraz et al. (1996)⁴⁷ memodifikasi permukaan pada HAp dengan memanfaatkan *silane coupling agent*. Dua jenis *silane coupling agent* (*vinylsilanes* dan *aminosilanes*) dipersiapkan dengan melarutkan pada larutan etanol/air dengan rasio volume 90/10 kemudian larutan diatur menjadi pH 3,5. Apabila *coupling agent* mengandung grup *amine*, proses larutan dijadikan pH asam dapat diabaikan. Larutan selanjutnya diaduk selama 15 menit untuk *aminosilanes* dan 50 menit untuk *vinylsilanes* untuk membentuk formasi silanol. Kemudian HAp ditambahkan dan diaduk dalam kondisi pH 10 untuk pembentukan layer *siloxane*. Setelah filtrasi dan pembilasan, serbuk HA yang telah dimodifikasi dikeringkan pada *temperature* 50°C. Hasilnya adalah *silane coupling agent* dapat membentuk ikatan yang stabil pada HAp.

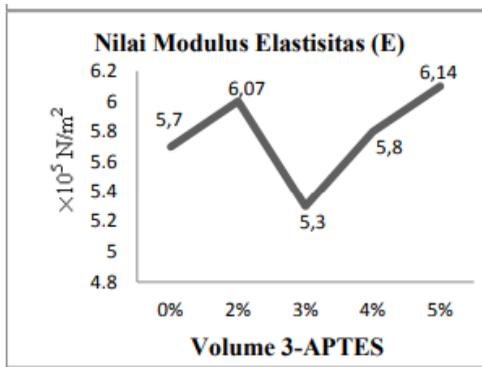
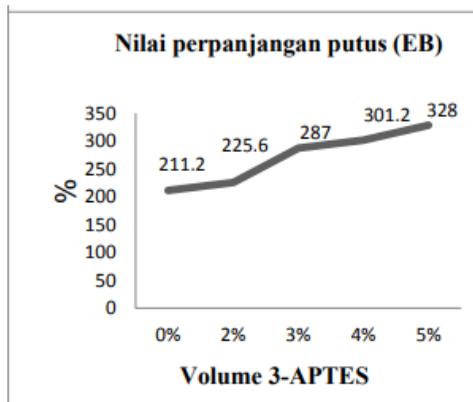
Solechan *et al.*, (2016)²⁹ menguji sifat mekanik implan *plate* dan *screw* fiksasi internal tulang femur dari material hidroksiapatit *bovine* dan polimer biodegradasi. Material yang digunakan PLLA,

PLC, HA *bovine* dan PLA dengan pengujian sifat mekanik. Hasilnya untuk komposisi campuran yang paling optimal dimiliki spesimen uji kode F1 dengan persentase kandungan polimer sintesis dan HA *Bovine* 80:20. Densitas dan porositas terbaik dimiliki oleh spesimen uji kode F1/300N. Densitas $0,365 \text{ g/cm}^3$ dengan porositas 2,750% menjadikan kekuatan tekuk lebih baik dan degradasi material lebih lama.

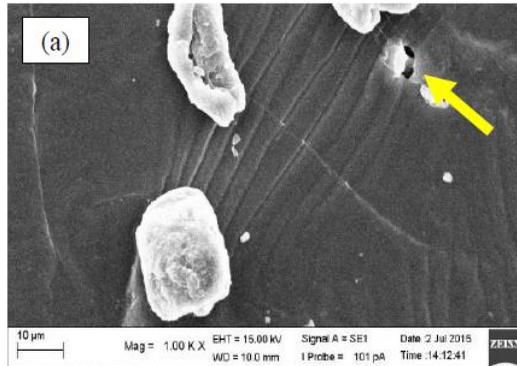
Pada tahun 2015, Riska *et al.*⁵⁵ melakukan penelitian terkait penambahan *silane coupling agent* dalam pembuatan komposit karet alam selulosa tandan kosong kelapa sawit. *Silane Coupling Agent* digunakan untuk modifikasi permukaan selulosa dan yang digunakan yaitu *3-aminopropyltriethoxysilane* (APTES). Variasi volume APTES yang ditambahkan yaitu 0%, 2%, 3%, 4% dan 5%. Dari penelitian yang dilakukan, hasil uji tarik pada komposit karet alam selulosa TKKS setelah penambahan 3- APTES mengalami peningkatan pada volume sebesar 5%. Diperoleh nilai kekuatan tarik, modulus elastisitas dan perpanjangan putus sebesar $26,25 \times 10^5 \text{ N/m}^2$; $6,14 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ dan 328% seperti terlihat pada Gambar 2.15-2.17 . Selain itu, pengaruh penambahan 3-APTES terhadap morfologi komposit karet alam selulosa TKKS menunjukkan peningkatan kompatibilitas yang semakin baik.



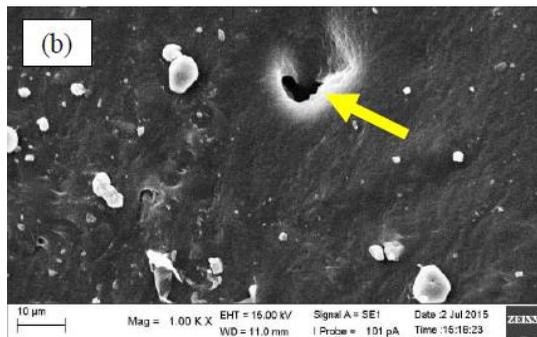
Gambar 2. 17 Grafik Nilai Kekuatan Tarik⁵⁵

**Gambar 2. 18** Grafik Nilai Modulus Elastisitas⁵⁵**Gambar 2. 19** Grafik Nilai Perpanjangan Putus⁵⁵

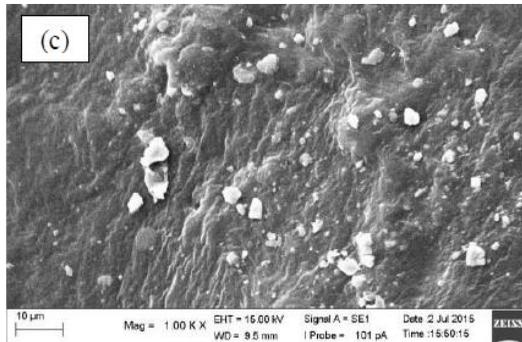
Pada penelitian ini juga didapatkan hasil terkait morfologi dari pengaruh penambahan 3-APTES terhadap permukaan komposit karet alam-selulosa tandan kosong kelapa sawit yang dimana menunjukkan kecenderungan kompatibilitas yang semakin baik antara filler dan matriks seiring meningkatnya kadar 3-APTES.



Gambar 2. 20 Hasil SEM komposit karet alam-selulosa TKKS
0% 3-APTES⁵⁵



Gambar 2. 21 Hasil SEM komposit karet alam-selulosa TKKS
2% 3-APTES⁵⁵



Gambar 2.22 Hasil SEM komposit karet alam-selulosa TKKS 4% 3-APTES⁵⁵

Pada **Gambar 2.20** menunjukkan belum menyatunya selulosa dengan matriks karet alam. Selain itu, terbentuk rongga kecil diantara matriks yang mengindikasikan interaksi yang kurang baik antara *filler* dan matriks serta beberapa zat aditif belum terdistribusi secara merata. Pada **Gambar 2.21** menunjukkan bahwa penambahan 3-APTES 2% mulai terjadi interaksi antara matriks dan *filler*. Namun, penambahan 2% 3-APTES ternyata kurang maksimal, karena masih terdapat rongga pada permukaan komposit. Dan sedangkan pada **Gambar 2.22** menunjukkan hasil permukaan yang baik. Penambahan 3-APTES sebanyak 4% membuat *filler* lebih menyatu dengan matriks. *Filler* dan bahan aditif lainnya terdistribusi dengan baik, tidak terlihat rongga-rongga dipermukaan komposit.

Pada tahun 2015, Astabi Alip *et al.*⁵⁶ melakukan penelitian tentang pengaruh konsentrasi *silane coupling agent* terhadap sifat tarik material komposit serat *kenaf-polypropylene*. Variasi konsentrasi *silane coupling agent* yang digunakan adalah 0%, 0.25%, 0.50%, 0.75%, dan 1% dengan lama perendaman 4 jam. Proses pembuatan komposit dilakukan dengan *hot press* dan parameter yang digunakan adalah *temperature* proses 180 °C, waktu penahanan 5 menit dan tekanan pengepresan 5 bar. Sifat tarik komposit diamati melalui pengujian tarik yang mengacu ke

standar ASTM D 638. Sedangkan, kualitas ikatan serat-matrik diamati menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil pengujian menunjukkan bahwa konsentrasi *silane coupling agent* 0.50% menghasilkan komposit dengan kekuatan tarik tertinggi yaitu 26.30 MPa.

Pada tahun 2021, Hafizh H⁵⁷ melakukan penelitian terkait pengaruh *silane coupling agent* dan rasio porogen terhadap morfologi, sifat mekanik, dan biodegradasi 3D *scaffolds* komposit PLLA/nano-hidroksiapatit. Hal pertama yang dilakukan yaitu memodifikasi permukaan nHAp dengan *silane coupling agent* (APTES) dengan variasi 1%, 3%, dan 5% terhadap nHAp. Selanjutnya untuk serbuk *Poly(L-Lactic Acid)* (PLLA) dilarutkan dengan kloroform, dan selanjutnya ditambahkan 15 wt% nHAp pada larutan yang diiringi dengan penambahan porogen NaCl dengan perbandingan PLLA/NaCl 9/1, 11/1, dan 13/1. Pengujian yang dilakukan yaitu SEM/EDX untuk melihat morfologi, distribusi nano-HAp, dan perhitungan porositas dengan menggunakan *software* ImageJ. Pengujian FTIR untuk menganalisa keberadaan ikatan *siloxane* yang terbentuk setelah modifikasi nano-HAp dengan APTES. Pengujian tarik dan tekan untuk analisis sifat mekanik. Terakhir pengujian biodegradasi selama 4 minggu akan dilakukan menggunakan larutan *Phosphate Buffered Saline* (PBS) untuk menghitung *weight loss* dan memprediksi *life time* dari 3D *scaffolds*.

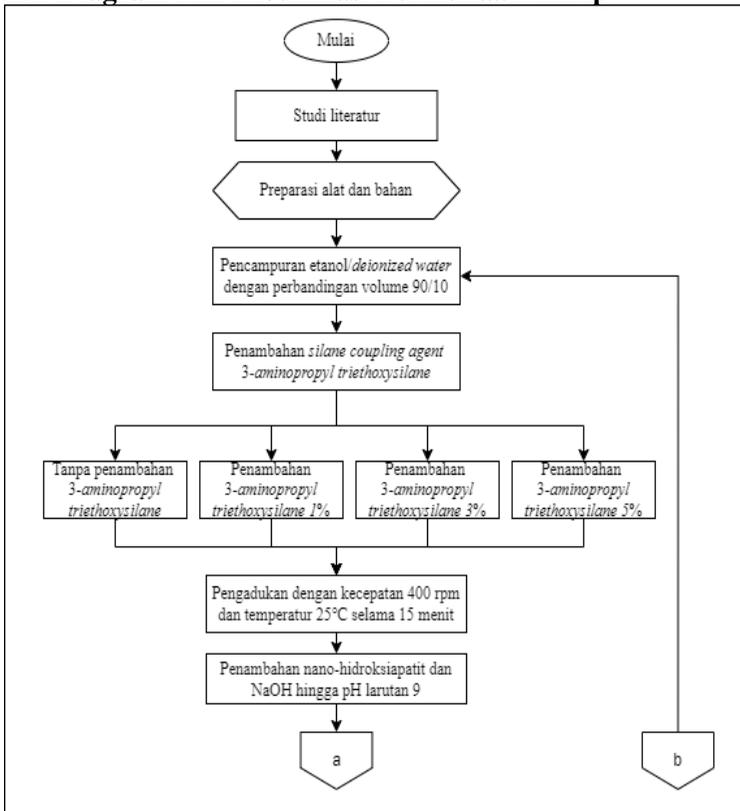
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

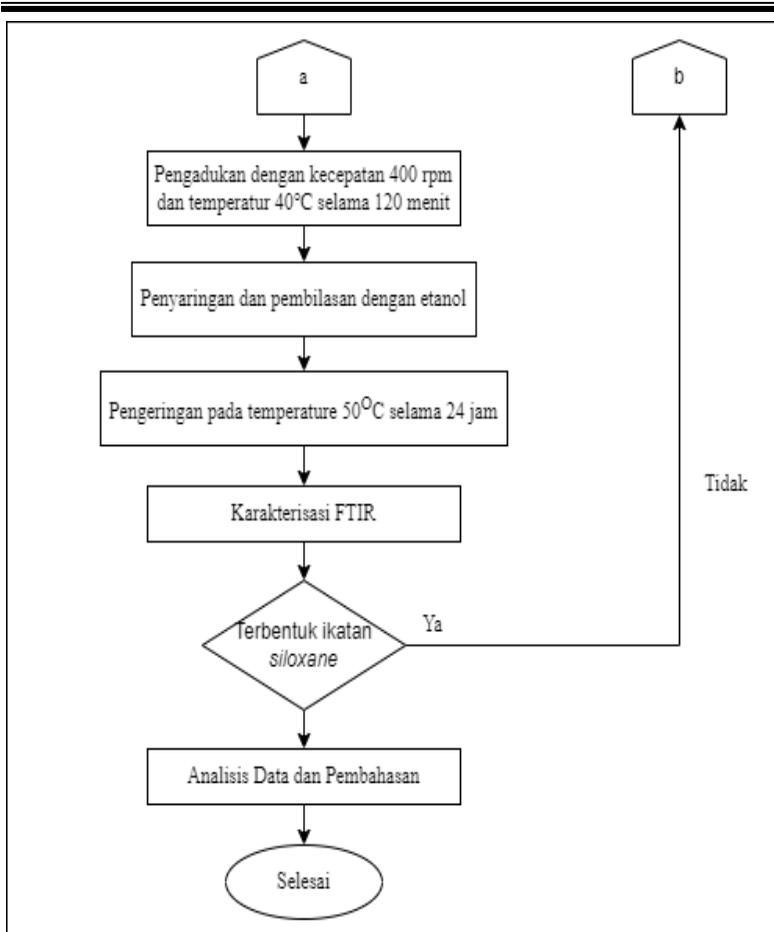
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian ini terbagi menjadi 2, yaitu diagram alir modifikasi permukaan nHAp pada Gambar 3.1 dan diagram alir proses fabrikasi *biodegradable bone screw* pada Gambar 3.2.

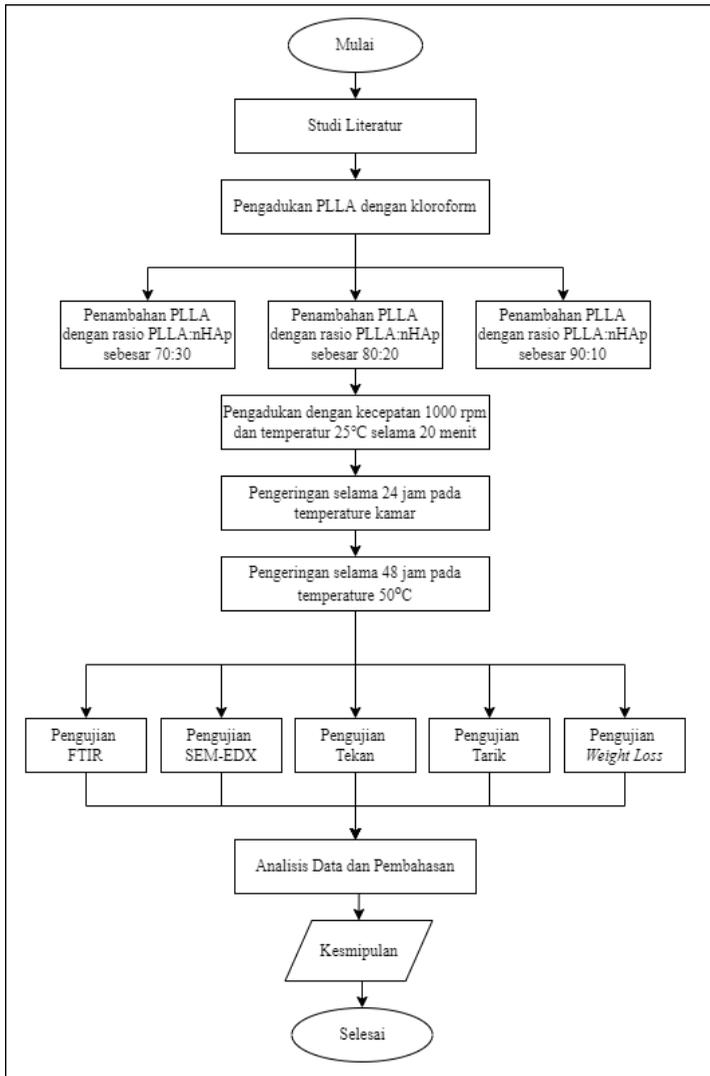
3.1.1 Diagram Alir Modifikasi Permukaan nHAp





Gambar 3.1 Diagram alir modifikasi permukaan nHAp

3.1.2 Diagram Alir Proses Fabrikasi *Biodegradable Bone Screw*



Gambar 3. 2 Diagram alir proses fabrikasi *biodegradable bone screw*

3.2 Metode Penelitian

Metode yang dilakukan untuk penelitian ini adalah:

1. Studi Literatur
Pada tahapan studi literatur, dilakukan pencarian tinjauan melalui buku, jurnal, paten, maupun penelitian serupa mengenai *silane coupling agent*, serta PLLA sebagai matriks dan nHAp sebagai penguat komposit *biodegradable bone screw*.
2. Diskusi
Tahapan ini dilakukan dalam upaya untuk memperluas wawasan terkait permasalahan dan menemukan solusi pada penelitian yang akan dirancang. Diskusi berlangsung bersama pihak yang bersinggungan dengan penelitian.
3. Eksperimental
Metode penelitian ini dilakukan dengan prosedur dan metode modifikasi permukaan HAp menggunakan *silane coupling agent* dengan jenis *3-aminopropyltriethoxysilane* (APTES), serta pengujian karakterisasi FTIR, SEM-EDX, pengujian tekan, pengujian tarik, dan pengujian *weight loss*.

3.3 Bahan

Adapun bahan yang dipersiapkan dalam penelitian ini adalah:

1. PLLA
Poly(L-lactic acid) (PLLA) digunakan sebagai matriks dalam penelitian ini. PLLA dengan massa molekul relatif (M_w) 100.000 – 150.000 didapatkan dari Haihang Industry Co.Ltd.
 2. Nano-Hidroksiapatit
Serbuk nHAp dipersiapkan sebagai penguat PLLA. HAp dengan partikel berbentuk *nano-rod* berukuran 10 x (100 – 200) nm didapatkan dari Zashafa Shop.
 3. *Silane Coupling Agent*
-

Silane coupling agent yang digunakan dalam penelitian ini adalah *3-aminopropyltriethoxysilane* (APTES). APTES didapatkan dari Guangzhou Double Peach Fine Chemical Co., Ltd.

4. Larutan Etanol
Larutan etanol dibutuhkan dalam proses modifikasi nHAp dengan PLLA dan proses pembilasan nHAp. Larutan etanol didapatkan dari Merck Germany.
5. Larutan NaOH
Larutan NaOH dibutuhkan untuk mempercepat proses kondensasi dan pembentukan siloxanol.
6. *Deionized Water*
Air deionisasi digunakan dalam proses pencampuran *silane coupling agents* dan nano-HAp.

3.4 Prosedur Penelitian

Pada penelitian ini dibutuhkan 2 serangkaian proses, yaitu proses modifikasi permukaan nHAp dengan *silane coupling agent* dan fabrikasi *biodegradable bone screw*.

3.4.1 Prosedur Modifikasi permukaan nHAp

Modifikasi nano-hidroksiapatit dilakukan dengan mempersiapkan larutan *3-aminopropyltriethoxysilane* (APTES) dengan tanpa perlakuan APTES sebagai variabel kontrol, serta variasi 1, 3, dan 5% terhadap nano-hidroksiapatit. Kemudian APTES dicampurkan dengan larutan etanol dan *deionized water* dengan perbandingan volume 90/10. Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400 rpm selama 15 menit pada temperatur kamar untuk menginisiasi reaksi hidrolisis dari APTES dan membentuk gugus silanol. Setelah itu larutan ditambahkan NaOH hingga pH mencapai 9 dan diaduk dengan kecepatan 400 rpm pada temperatur 40°C selama 120 menit. Hal tersebut dilakukan untuk membantu proses kondensasi dan pembentukan *siloxane*. Selanjutnya dilakukan penyaringan

dan pembilasan dengan etanol sampai pH netral dan kemudian dilakukan pengeringan pada temperatur 50°C selama 24 jam.

3.4.2 Prosedur Fabrikasi *Biodegradable Bone Screw*

Dari hasil modifikasi permukaan nHAp, selanjutnya nHAp yang telah dimodifikasi ditambahkan dengan PLLA dengan rasio PLLA:nHAp sebesar 70:30, 80:20, dan 90:10. Kemudian dilakukan pengadukan dengan kecepatan 1000 rpm pada temperatur kamar selama 20 menit. Selanjutnya dilakukakn pengeringan pada temperatur kamar selama 24 jam dan setelah itu pengeringan pada temperatur 50°C selama 48 jam. Lalu dilakukan pengujian karakterisasi FTIR, SEM-EDX, pengujian tekan, pengujian tarik, dan pengujian *weight loss*.

3.5 Proses Pengujian

Pada penelitian ini beberapa pengujian dilakukan dalam upaya untuk mengetahui morfologi, sifat mekanik, dan biodegradasi dari *biodegradable bone screw* PLLA/nano-HAp.

3.5.1 Pengujian *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Pengujian *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS ITS Surabaya dengan menggunakan instrumen *Thermo Scientific Nicolet IS10* dengan panjang gelombang 400 – 4000 cm^{-1} . Pengujian ini dilakukan untuk mengonfirmasi ikatan kimia yang terbentuk setelah modifikasi nano-HAp menggunakan *silane coupling agent 3-aminopropyltriethoxysilane*, nano-HAp tanpa modifikasi, dan komposit PLLA/nano-HAp. Ikatan kimia yang terbentuk dicirikan dengan *peak* yang berbeda.

FTIR bekerja dengan menembakkan sinar inframerah, kemudian atom-atom dalam sampel uji akan bervibrasi akibat dari energi dari sinar inframerah tidak kuat untuk menyebabkan atomisasi atau eksitasi elektron. Besarnya vibrasi pada setiap molekul berbeda tergantung dari kekuatan ikatan yang terdapat

pada molekul. Pada ikatan kovalen, dua atom digabungkan dan kedua inti atom menggunakan pasangan elektron yang sama. Kedua inti ini dapat bergetar atau bervibrasi mendekat dan menjauhi satu sama lain, hal ini diistilahkan sebagai *bond stretching*. Selain itu, suatu ikatan kimia juga dapat membengkok, di mana sudut ikatan dua atom berfluktuasi dari keadaan sebelumnya. Hal ini disebut *bond bending*. Gambar 3.3 menunjukkan alat pengujian FTIR.



Gambar 3.3 Alat Pengujian FTIR

3.5.2 Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM)/*Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX)

Pengujian *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Dynatech Internasional PT, Jakarta menggunakan SEM Batan Pair tipe Phenom ProX-G6. Pengujian ini dilakukan dalam upaya untuk mengetahui informasi terkait morfologi dan distribusi nano-HAp dari komposit PLLA/nano-Hap. Untuk mengawali pengujian, sampel PLLA/nano-HAp dilapisi dengan serbuk emas agar mendapatkan sifat konduktif dan direkatkan dengan *carbon tip* agar mengantisipasi sampel tergelincir. Selanjutnya sampel dapat dilakukan pengujian karakterisasi SEM.

SEM bekerja dengan menembakkan elektron berenergi tinggi yang dipancarkan dari *electron gun*. Elektron yang dipancarkan kemudian diperkuat oleh kumparan dan difokuskan oleh *fineprobe*. Elektron yang mengenai spesimen berukuran kira-

kira 10 \AA dihamburkan dan dipantulkan kepada *backscattered electron detector* dan *secondary electron detector*. *Backscattered electron* menampakkan bagian yang memiliki berat atom lebih besar akan berwarna terang dan berat atom yang lebih kecil berwarna lebih gelap. Adapun *secondary electron* menghasilkan informasi topografi dari sampel, di mana dari topografi tersebut diketahui perkiraan permukaan yang lebih tinggi dan lebih rendah. Selanjutnya hasilnya akan ditampilkan di layar. Adapun dengan adanya tambahan *EDX detector*, *X-ray* dapat digunakan sebagai sinyal untuk menghasilkan informasi unsur dan komposisi kimia dari sampel.

Adapun alat pengujian *Scanning Electron Microscopy (SEM)/Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)* ditampilkan pada Gambar 3.4.

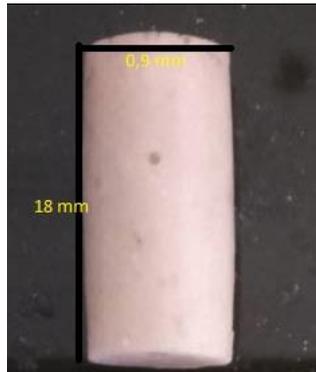


Gambar 3.4 Alat Pengujian SEM/EDX

3.5.3 Pengujian Tekan

Pengujian tekan dilakukan dengan *Material Testing Machine* di Laboratorium Material Inovatif Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS ITS Surabaya. Preparasi spesimen berdasarkan standar ASTM D 5024-95 untuk mendapatkan *compressive strength* dengan spesimen berbentuk

tabung berdiameter 9 mm dan panjang 18 mm. Pada Gambar 3.5 merupakan bentuk spesimen untuk pengujian tekan.



Gambar 3.5 Spesimen Pengujian Tekan

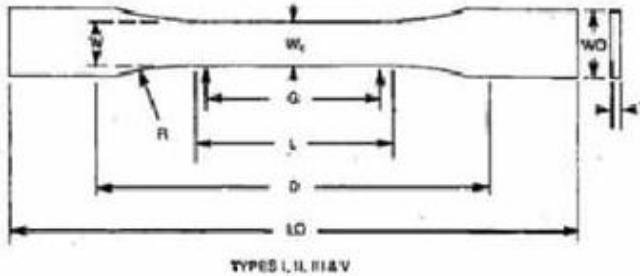
3.5.4 Pengujian Tarik

Pengujian ini dilakukan menggunakan *Material Testing Machine* di Laboratorium Inovasi Material Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS ITS Surabaya. Pengujian ini menggunakan material yang mengacu kepada standar pengujian ASTM D638 dengan dimensi seperti pada Tabel 3.1 di bawah.

Tabel 3.1 Dimensi spesimen uji tarik

| | |
|----|--------------|
| W | 3,18 mm |
| WO | 9,53 mm |
| L | 9,53 mm |
| LO | 63,5 mm |
| G | 7,62 mm |
| D | 25,4 mm |
| R | 12,7 mm |
| T | 4mm or under |

Pengujian tarik merupakan metode untuk mengetahui *tensile strength*. Adapun bentuk standar sampel dari pengujian tarik ini terdapat pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Spesimen Uji Tarik Filamen

3.5.5 Pengujian *Weight Loss*

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui biodegradasi komposit PLLA/nano-HAp. Pengujian ini dilakukan dengan cara merendam sampel ke dalam larutan yang menyerupai cairan tubuh manusia atau *Simulated Body Fluids* (SBF). Larutan SBF ialah larutan dengan konsentrasi ion yang mendekati plasma darah manusia, disimpan di bawah kondisi pH tertentu dan suhu fisiologis yang identik dengan suhu tubuh seperti *Phosphate Buffered Saline* (PBS) dengan rentang pH sekitar 7 – 7,4. Komposisi larutan SBF dengan jenis PBS adalah 1,8 gram NaCl, 0,2 gram KCL, 0,24 gram KH₂PO₄, dan 1,44 gram Na₂HPO₄. Sampel uji ditimbang terlebih dahulu untuk mendapatkan massa awal. Selanjutnya dilakukan perendaman selama 3 minggu dan dilakukan evaluasi pengamatan pada hari ke 7, 14, dan 21. Larutan PBS diganti setiap minggu dan sampel dibilas dengan *distilled water* dan dikeringkan untuk dilakukan pengamatan. Pengamatan dilakukan secara visual serta ditimbang untuk mengetahui massa sampel setelah perendaman. *Weight loss* dapat diketahui dengan perhitungan pada Persamaan 3.1.

$$W(\%) = \frac{m_a - m_b}{m_a} \times 100\% \quad (3.1)$$

di mana,

W : *weight loss* (%)

m_a : massa sebelum perendaman

m_b : massa setelah perendaman

Setelah *weight loss* diketahui, dapat diprediksi *degradation time* dari sampel menggunakan metode regresi linear dengan perhitungan pada Persamaan 3.2.

$$Y = (A1)x + A0 \quad (3.2)$$

di mana,

Y : % *weight loss*

x : *degradation time*

Untuk nilai A1 bisa didapatkan menggunakan Persamaan 3.3 di bawah.

$$A1 = \frac{n\sum XiYi - \sum Xi\sum Yi}{(n\sum Xi)^2 - (\sum Xi)^2} \quad (3.3)$$

di mana,

X_i : lama evaluasi pengamatan (7, 14, 21 hari)

Y_i : % *weight loss*/100

n : jumlah data (3)

Untuk nilai A0 bisa didapatkan menggunakan Persamaan 3.4 di bawah.

$$A0 = \bar{X}Y_i - (A1 \times \bar{X}X) \quad (3.4)$$

3.6 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian *biodegradable bone screw* ditunjukkan pada 3.2 dan dapat ditentukan jumlah masing-masing spesimen dari 6 sampel. Terdapat 2 pengujian yang tidak merusak dan 3 pengujian yang merusak. Masing-masing sampel membutuhkan 6 spesimen. Total spesimen pada penelitian ini adalah 30.

Tabel 3. 2 Rancangan penelitian untuk *biodegradable bone screw*.

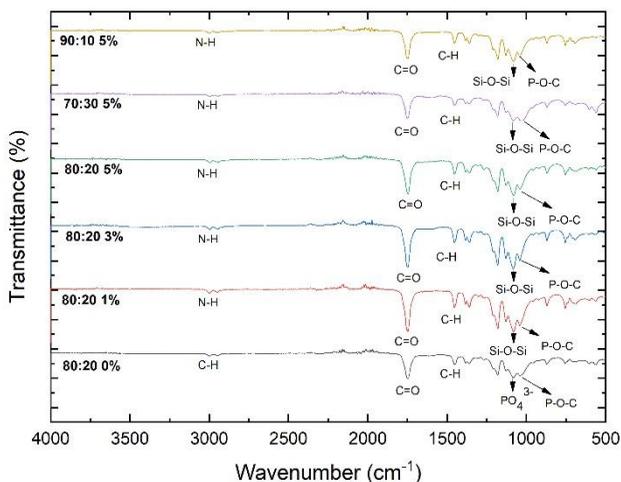
| No | Sampel | | | Pengujian | | | |
|----|-----------|-------------------------------------|------|-----------|-----------|-----------|--------------------|
| | PLLA:nHAP | <i>Silane Coupling Agents (wt%)</i> | FTIR | SEM/EDX | Uji Tekan | Uji Tarik | <i>Weight Loss</i> |
| 1 | 70:30 | 5 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 2 | 80:20 | - | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 3 | | 1 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 4 | | 3 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 5 | | 5 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| 6 | 90:10 | 5 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |

Secara umum, penelitian ini dapat ditempuh selama 4 bulan pengerjaan dimulai dengan studi literatur hingga penyusunan laporan.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian FTIR

Karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada komposit PLLA/nano-HAp setelah modifikasi nano-HAp menggunakan *silane coupling agent 3-aminopropyltriethoxysilane* dan nano-HAp tanpa modifikasi. Selain itu, uji FTIR ini dilakukan untuk menganalisis keberadaan gugus fungsi *siloxane* (Si-O-Si) yang terbentuk, sehingga dapat dikonfirmasi keberhasilan dalam modifikasi nHAp. Grafik hasil uji terhadap spesimen ditunjukkan pada Gambar 4.1.



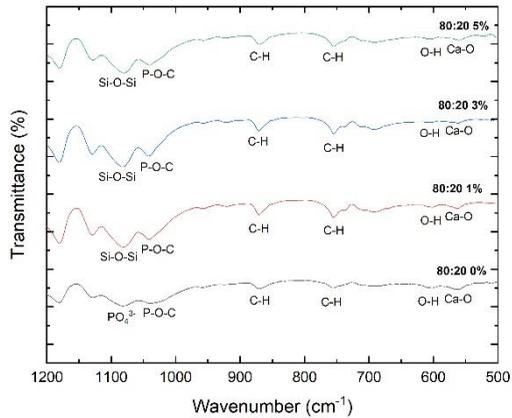
Gambar 4.1 Grafik FTIR komposit PLLA/nHAp.

Pada gambar di atas, karakterisasi FTIR terbentuk ikatan Si-O-Si pada *peak* antara 1080-1082 cm^{-1} . Selanjutnya, gugus fungsi N-H terbentuk pada puncak gelombang antara 2996-2997 cm^{-1}

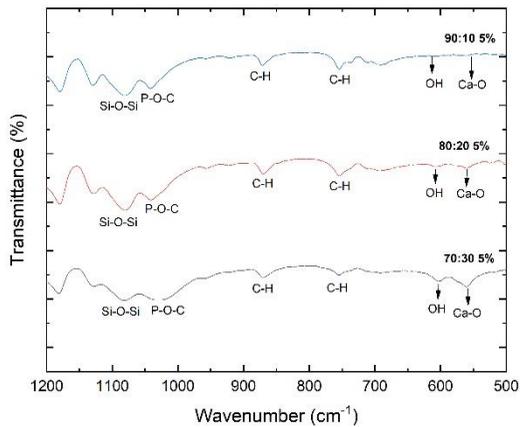
Ikatan Si-O-Si dan N-H di atas dimiliki oleh 3-*aminopropyltriethoxysilane* (APTES).

Pada grafik hasil pengujian FTIR di atas, juga terdapat gugus fungsi PLLA, dimana gugus fungsi PLLA adalah C=O⁵⁸. Gugus fungsi C=O pada grafik hasil FTIR diatas ditunjukkan pada *range wavenumber* 1746,67-1747,30 cm⁻¹. Selain itu terdapat gugus fungsi C-H dan P-O-C pada hasil FTIR yang memungkinkan terjadinya interaksi molekuler antara PLLA dan nano-HAp pada komposit tersebut⁵⁹. Pada komposit PLLA:nHAp 80:20 0% APTES hanya ditemukan gugus fungsi C=O pada *peak* 1747,20 cm⁻¹, PO₄³⁻ pada *peak* 1081,74, C-H pada *peak* 1452,83 cm⁻¹ dan P-O-C pada *peak* 1038,73 cm⁻¹. Lung *et al.*⁶⁰ menjelaskan bahwa ada kemungkinan terjadi *peak overlap* di mana seharusnya terdapat puncak gelombang pada 1130-1000 cm⁻¹ yang dimiliki oleh ikatan *siloxane*, akan tetapi daerah ini juga dimiliki oleh gugus fungsi fosfat (PO₄³⁻) milik hidroksiapatit dengan intensitas yang kuat⁶⁰. Selain itu *peak overlap* juga terjadi antara 3000-2800 cm⁻¹ yang dimiliki oleh ikatan NH, akan tetapi daerah ini juga dimiliki oleh gugus fungsi CH. Pada hasil FTIR juga didapatkan *peak* OH yang berada pada *wavenumber* 720-580 cm⁻¹ yang dimana pada variasi penambahan %APTES OH bisa terbentuk hanya sedikit yang dibuktikan dengan *peak* yang tidak begitu jelas dikarenakan pada saat proses sintesis, ikatan OH diperkirakan membentuk ikatan *siloxane*.⁶¹

Untuk lebih jelasnya lagi, perbandingan FTIR dengan variasi penambahan persentase APTES dan variasi perbandingan komposisi PLLA/nHAp masing-masing ditampilkan pada Gambar 4.2 serta Gambar 4.3 di bawah.



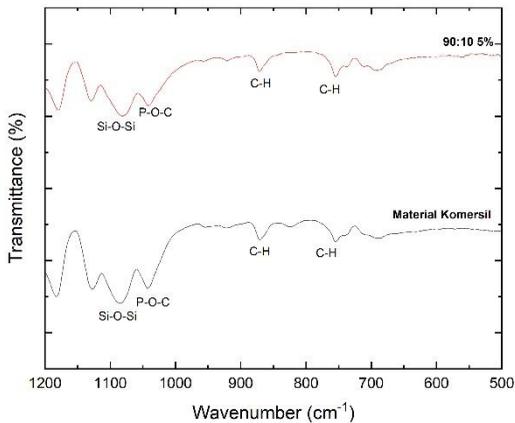
Gambar 4.2 Grafik FTIR dengan variasi penambahan persentase APTES



Gambar 4.3 Grafik FTIR dengan variasi perbandingan komposit PLLA/nHAp

Dari grafik FTIR di atas terlihat adanya perbedaan *peak*, di mana pada grafik FTIR 80:20 0% *peak* yang terbentuk tidak terlihat begitu jelas dan tidak seperti pada grafik FTIR variasi lain. Hal tersebut seperti penelitian yang dilakukan oleh Dian Amalia⁶² di mana semakin besar kandungan dari *silane coupling agent* maka akan membuat *peak* yang terbentuk terlihat semakin jelas. Hal tersebut menandakan bahwa semakin jelas *peak* yang terbentuk maka *peak* semakin diperkuat dengan gugus yang diinginkan dan dapat terjadi karena semakin banyak komposisi pada material yang diuji, maka akan semakin mudah material tersebut membentuk struktur kristal dan sehingga menunjukkan hasil *peak* FTIR yang semakin jelas.

Selain itu, pada Gambar 4.4 di bawah, ditunjukkan grafik FTIR dari komposit PLLA/nHAp 90:10 5% APTES dengan grafik FTIR dari komersil *bone screw* yang di uji.



Gambar 4.4 Grafik FTIR perbandingan antara *bone screw* komersil dan PLLA:nHAp 90:10 5% APTES

Dilihat dari hasil FTIR tersebut, dapat dikatakan bahwa pada komposit PLLA/nHAp 90:10 5% terdapat kemiripan grafik dengan

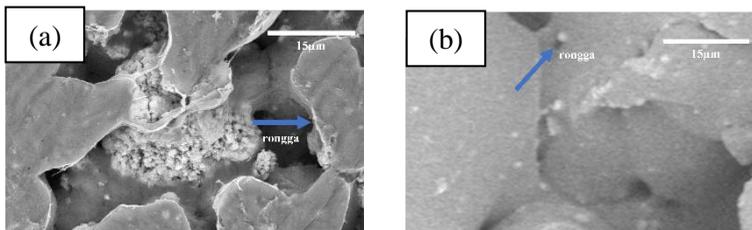
FTIR *bone screw* komersil, sehingga dari grafik tersebut dapat dikatakan pula bahwa hasil dari FTIR *bone screw* komersil sesuai dengan penelitian yang dilakukan.

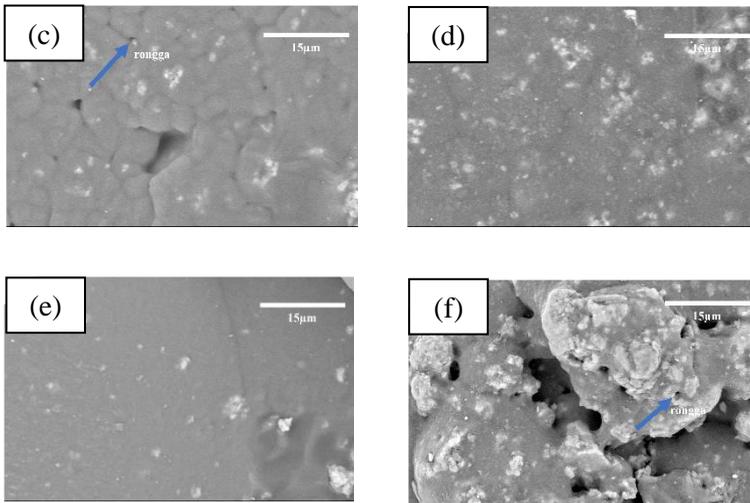
Berdasarkan karakterisasi FTIR, dapat dikonfirmasi bahwa bahan inti yang dipakai adalah hidroksiapatit [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$] yang dibuktikan dengan adanya gugus fungsi Ca-O dan PO_4^{3-} , bahan selanjutnya yaitu PLLA dengan gugus fungsi C=O, gugus fungsi C-H dan P-O-C yang merupakan interaksi molekuler antara PLLA dan nano-HAp, serta adanya *silane coupling agent 3-aminopropyltriethoxysilane* dengan gugus fungsi membentuk Si-O-Si.

Untuk modifikasi komposit PLLA: nHAp 80:20 1% APTES, 20:20 3% APTES, 80:20 5% APTES, 70:30 5% APTES, dan 90:10 5% APTES dapat diindikasikan bahwa APTES sebagai *silane coupling agent* dapat berhasil berikatan dengan nano-hidroksiapatit dan memiliki gugus NH_2 yang dapat dimanfaatkan untuk berikatan dengan polimer dimana dalam hal ini adalah PLLA.

4.2 Hasil Pengujian SEM/EDX

Pengujian *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) bertujuan untuk mengetahui informasi terkait morfologi dan distribusi nano-HAp dari komposit PLLA/nano-HAp dan juga untuk mengetahui komposisi kimia dari sampel. Pada Gambar 4.5 menunjukkan pengaruh penambahan APTES pada morfologi permukaan.





Gambar 4.5 Pengujian SEM pada sampel (a) PLLA:nHAp 80:20 0% APTES, (b) PLLA:nHAp 80:20 1% APTES, (c) PLLA:nHAp 80:20 3% APTES, (d) PLLA:nHAp 80:20 5% APTES, (e) PLLA:nHAp 90:10 5% APTES, dan (f) PLLA:nHAp 70:30 5% APTES.

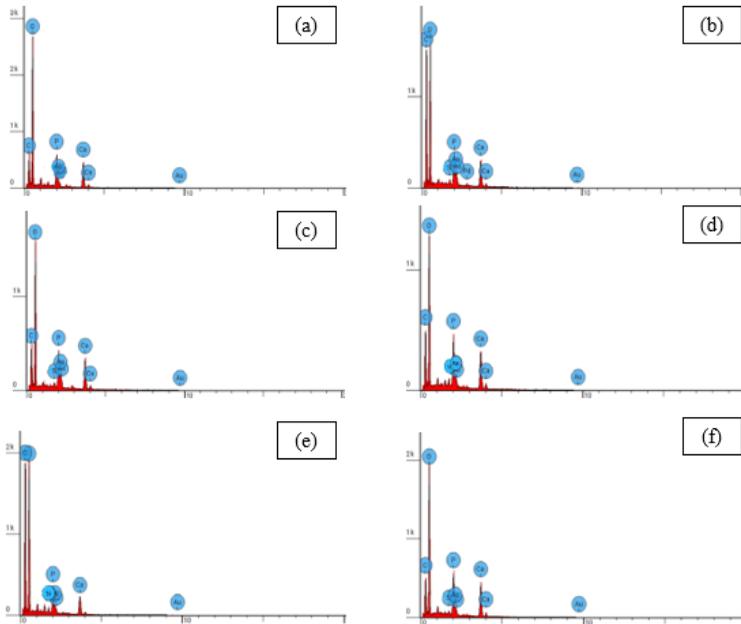
Berdasarkan Gambar 4.5 tersebut, menunjukkan hasil topografi pada permukaan komposit PLLA/nHAp. Gambar 4.5 (a) menunjukkan belum menyatunya PLLA dengan nano-hidroksiapatit, karena terbentuk rongga - rongga seperti yang ditunjukkan oleh anak panah berwarna biru diantara matriks dan *filler* yang dapat diartikan bahwa adanya interaksi yang kurang baik antara *filler* dan matriks⁵⁵. Pada Gambar 4.5 (b) menunjukkan bahwa penambahan APTES 1% mulai terjadi interaksi antara matriks dan *filler*. Akan tetapi, penambahan 1% APTES kurang maksimal, karena masih terdapat rongga pada permukaan komposit seperti yang ditunjukkan oleh anak panah. Volume coupling agent yang terlalu sedikit

mengakibatkan tidak semua *filler* tersebar merata dipermukaan matriks dan juga kurang terikatnya matriks dan *filler*⁵⁵.

Pada Gambar 4.5 (c) dan 4.5 (d) sudah menunjukkan hasil permukaan yang baik dimana *filler* hidroksiapatit dan bahan aditif lainnya sudah terdistribusi dengan baik dan merata, akan tetapi pada Gambar 4.5 (c) masih terlihat sedikit rongga seperti yang ditunjuk oleh anak panah yang artinya ada interaksi yang kurang antara PLLA sebagai matriks dan nHAp sebagai *filler* dan belum terikat sepenuhnya. Sedangkan pada Gambar 4.5 (d) tidak terlihat rongga-rongga dipermukaan komposit. Penambahan *coupling agent* APTES sebanyak 5% membuat *filler* lebih menyatu dengan matriks⁵⁵. Gambar 4.5 (e) menunjukkan hasil permukaan yang baik serta *filler* nano-hidroksiapatit dapat menyatu dengan matriks PLLA. Sedangkan Gambar 4.5 (f) menunjukkan sudah terdistribusinya *filler* hidroksiapatit dan bahan aditif lainnya dengan merata, akan tetapi masih terdapat rongga-rongga pada permukaan komposit seperti yang ditunjuk oleh anak panah yang dapat disebabkan oleh volume *coupling agent* yang terlalu sedikit untuk dapat terjadinya ikatan antara *filler* dan matriks dengan perbandingan yang lebih besar.

Penambahan silane *coupling agent* membuat ikatan antara matriks dan serat yang buruk menjadi lebih baik dan *coupling agent* mampu meningkatkan ikatan antara serat dan matriks⁶³. Semakin banyak kandungan silane *coupling agent* permukaan serat menjadi lebih rata, rapat dan halus⁷.

Untuk hasil pengujian EDX pada komposit PLLA/nHAp sendiri dapat dilihat pada Gambar 4.6 di bawah.



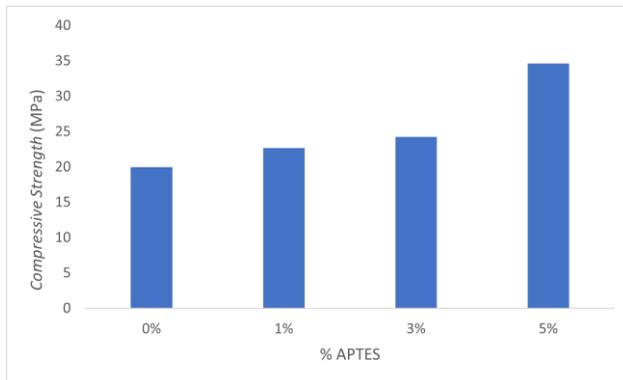
Gambar 4.6 Pengujian EDX pada sampel (a) PLLA:nHAp 80:20 0% APTES, (b) PLLA:nHAp 80:20 1% APTES, (c) PLLA:nHAp 80:20 3% APTES, (d) PLLA:nHAp 80:20 5% APTES, (e) PLLA:nHAp 90:10 5% APTES, dan (f) PLLA:nHAp 70:30 5% APTES.

Dari hasil pengujian EDX untuk material komposit PLLA/nHAp diatas, dapat dilihat bahwa material penyusun komposit untuk *biodegradable bone screw* ini terdiri atas PLLA dan nano-hidroksiapatit dengan komposisi C, O, P, dan Ca serta terdapat komposisi Si yang menandakan adanya *silane coupling agent*. Selain itu terdapat unsur Au dimana merupakan material *coating* yang digunakan dalam pengujian SEM/EDX ini.

4.3 Hasil Pengujian Tekan

Salah satu sifat mekanik yang dapat menjadi parameter kesesuaian antara *biodegradable bone screw* PLLA/nHAp terhadap tulang adalah kekuatan tekan. Nilai kekuatan tekan didapatkan dari pengujian tekan dengan menggunakan standar ASTM D5024-95. Pengujian tekan ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari perbandingan PLLA/nHAp dan juga penambahan APTES terhadap kekuatan tekan.

Penambahan APTES pada komposit diharapkan dapat meningkatkan sifat mekanik, mengingat kemampuannya yang dapat mengikat dua fasa yang berbeda antara polimer organik dan keramik anorganik yang dalam hal ini yaitu PLLA dan nHAp. Pada Gambar 4.7 di bawah menunjukkan grafik pengaruh dari penambahan persentase APTES pada komposit PLLA/nHAp terhadap nilai *compressive strength*.



Gambar 4.7 Grafik pengaruh penambahan persentase APTES terhadap nilai *compressive strength* pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

Adapun nilai dari *compressive strength* secara rinci dapat dilihat pada Tabel 4.1 di bawah.

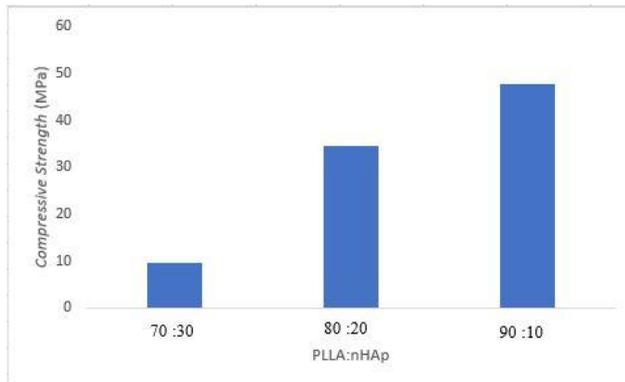
Tabel 4. 1 Nilai pengujian tekan komposit PLLA/nHAp dengan penambahan persentase APTES pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

| Sampel | <i>Compressive Strength (MPa)</i> |
|--------|-----------------------------------|
| 0% | 19,98 |
| 1% | 22,65 |
| 3% | 24,26 |
| 5% | 34,63 |

Berdasarkan tabel di atas, terlihat bahwa sampel PLLA:nHAp 80:20 5% APTES memiliki *compressive strength* tertinggi dengan nilai sebesar 34,63 MPa. Terjadi penurunan nilai kekuatan tekan menjadi sebesar 24,26 MPa untuk penambahan 3% APTES; 22,65 MPa untuk penambahan 1% APTES; dan 19,98 MPa untuk komposit PLLA:nHAp 80:20 tanpa penambahan APTES.

Nilai kuat tekan komposit PLLA:nHAp 80:20 5% APTES memiliki nilai yang tertinggi dapat disebabkan oleh interaksi antarmuka antara matriks dan *filler* yang merata dan juga telah homogenya bahan utama penyusun komposit tersebut. Selain itu, terjadinya penurunan nilai *compressive strength* pada variasi penambahan persentase APTES yang lebih sedikit dapat dikarenakan volume *coupling agent* yang kurang untuk mengikat matriks PLLA dan *filler* nano-HAp⁵⁵.

Sifat mekanik kuat tekan dalam hal ini juga dipengaruhi oleh perbandingan komposisi komposit, yaitu komposisi PLLA:nHAp. Pada Gambar 4.8 di bawah menunjukkan grafik pengaruh dari perbandingan komposisi komposit PLLA:nHAp terhadap nilai *compressive strength*.



Gambar 4.8 Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap nilai *compressive strength* dengan penambahan 5% APTES.

Adapun nilai dari *compressive strength* secara rinci dapat dilihat pada Tabel 4.2 di bawah.

Tabel 4.2 Perbandingan nilai uji tekan pada komposit PLLA:nHAp dengan penambahan 5% APTES.

| Sampel | <i>Compressive Strength (MPa)</i> |
|--------|-----------------------------------|
| 70:30 | 9,54 |
| 80:20 | 34,63 |
| 90:10 | 47,73 |

Berdasarkan tabel di atas, terlihat bahwa sampel PLLA:nHAp 90:10 5% APTES memiliki *compressive strength* tertinggi dengan nilai sebesar 47,73 MPa. Terjadi penurunan nilai kekuatan tekan menjadi sebesar 34,63 MPa dari sampel 80:20 5% APTES dan 9,54 MPa untuk sampel 70:30 5% APTES.

Nilai kuat tekan komposit PLLA:nHAp 90:10 5% APTES memiliki nilai yang tertinggi dapat disebabkan oleh interaksi antarmuka antara matriks dan *filler* yang merata dan juga telah homogenya bahan utama penyusun komposit tersebut. Selain itu

dikarenakan jumlah *filler* yang lebih sedikit, 5% APTES yang digunakan dapat mengikat matriks dan *filler* secara keseluruhan. Penurunan nilai *compressive strength* yang cukup jauh pada komposit PLLA:nHAp 70:30 5% APTES kemungkinan disebabkan oleh interaksi antarmuka antara matriks dan *filler*⁶⁴ dimana hal tersebut dapat disebabkan oleh peningkatan jumlah *filler* yang menyebabkan adanya nano-hidroksiapatit yang tidak dapat berinteraksi dengan matriks PLLA, sehingga penyebaran nano-HAp kurang merata⁶⁵ dan penurunan nilai kuat tekan tersebut dikarenakan volume *coupling agent* yang kurang untuk mengikat matriks PLLA dan *filler* nano-HAp⁵⁵.

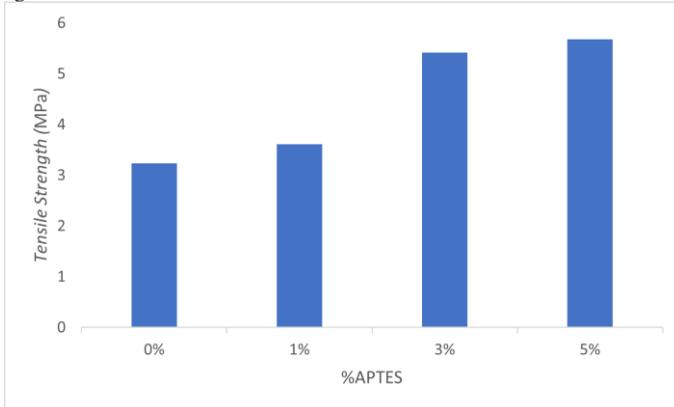
Berdasarkan analisis hasil pengujian tekan tersebut, sesuai dengan teori bahwa penambahan persentase APTES dapat meningkatkan sifat mekanik, karena APTES dapat memperbaiki ikatan antara matriks dan *filler* pada komposit. Akan tetapi, dengan bertambahnya perbandingan komposisi *filler* pada komposit yang dalam hal ini berarti komposisi nano-HAp semakin banyak, maka dapat menurunkan sifat mekanik dikarenakan selain volume *coupling agent* yang kurang untuk membentuk ikatan antara PLLA dan *filler* nano-HAp, juga karena secara struktural hidroksiapatit memiliki sifat mekanik yang rendah dan bersifat brittle⁶⁶.

4.4 Hasil Pengujian Tarik

Sifat mekanik lainnya yang dapat menjadi parameter kesesuaian antara biodegradable bone screw PLLA/nHAp terhadap tulang adalah kekuatan tarik. Nilai kuat tarik ini didapatkan dari pengujian *tensile test* sesuai dengan standar ASTM D638. Pengujian tarik ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari penambahan APTES dan juga perbandingan komposisi PLLA/nHAp terhadap kekuatan tarik.

Sama seperti pada pengujian tekan, dengan adanya penambahan APTES pada uji tarik ini juga diharapkan bisa meningkatkan sifat mekanik, mengingat kemampuannya yang dapat mengikat dua fasa yang berbeda antara polimer organik dan keramik anorganik yaitu PLLA dan nHAp. Pada Gambar 4.9 di

bawah menunjukkan grafik pengaruh dari penambahan persentase APTES pada komposit PLLA/nHAp terhadap nilai *tensile strength*.



Gambar 4.9 Grafik pengaruh penambahan persentase APTES terhadap nilai *tensile strength* pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

Adapun pada Tabel 4.3 ditunjukkan nilai dari kekuatan dengan penambahan APTES pada komposit PLLA/nHAp.

Tabel 4.3 Nilai pengujian tarik komposit PLLA/nHAp dengan penambahan persentase APTES pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

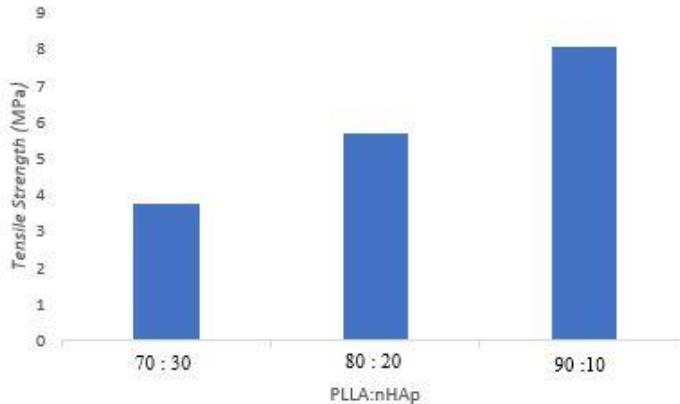
| Sampel | <i>Tensile Strength (MPa)</i> |
|--------|-------------------------------|
| 0% | 3,24 |
| 1% | 3,61 |
| 3% | 5,42 |
| 5% | 5,68 |

Tidak berbeda dengan nilai *compressive strength*, berdasarkan tabel di atas, terlihat bahwa sampel PLLA:nHAp 80:20 5% APTES memiliki nilai *tensile strength* tertinggi dengan

nilai sebesar 5,68 Mpa. Mulai terjadi penurunan nilai kekuatan tarik menjadi sebesar 5,42 MPa untuk penambahan 3% APTES; 3,61 MPa untuk nilai kuat tarik pada penambahan 1% APTES; serta 3,24 MPa untuk nilai kuat tarik pada komposit PLLA:nHAp 80:20 tanpa penambahan APTES.

Hasil dari pengujian tarik tersebut sama seperti penelitian yang dilakukan oleh Dwi Prasetyo, *et al*⁶⁷. dimana seiring dengan penambahan konsentrasi APTES, maka nilai *tensile strength* nya akan meningkat juga. Kekuatan tarik komposit apabila ditambahkan dengan *coupling agent* akan lebih tinggi dibandingkan dengan komposit tanpa penambahan *coupling agent*, karena *coupling agent* mampu meningkatkan ikatan antara serat dan matriks di mana hal tersebut mampu meminimalkan pelepasan (pull-out) antara matriks dan serat⁶⁸.

Sifat mekanik kuat tarik dalam hal ini juga dipengaruhi oleh perbandingan komposisi komposit, yaitu komposisi PLLA:nHAp. Pada Gambar 4.10 di bawah menunjukkan grafik pengaruh dari perbandingan komposisi komposit PLLA:nHAp terhadap nilai *tensile strength*.



Gambar 4. 10 Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap nilai *tensile strength* dengan penambahan 5% APTES.

Adapun pada Tabel 4.4 ditunjukkan nilai dari kekuatan tarik dengan perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp.

Tabel 4. 4 Nilai pengujian tarik dengan perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp dengan penambahan 5% APTES.

| Sampel | <i>Tensile Strength (MPa)</i> |
|--------|-------------------------------|
| 70:30 | 3,76 |
| 80:20 | 5,68 |
| 90:10 | 8,03 |

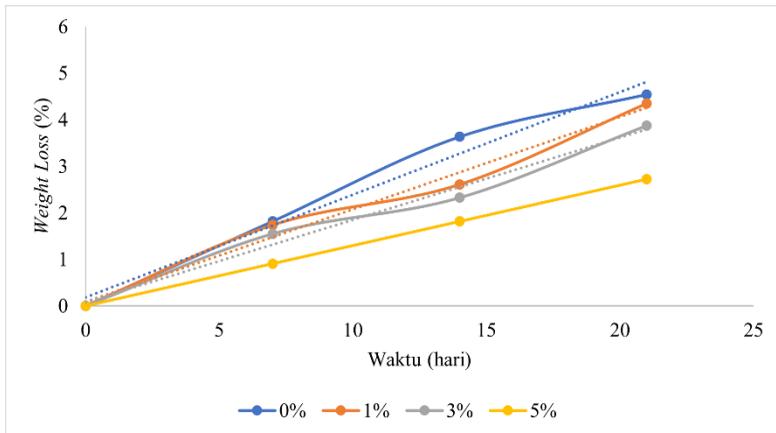
Berdasarkan tabel di atas, terlihat bahwa sampel PLLA:nHAp 90:10 5% APTES memiliki *tensile strength* tertinggi dengan nilai sebesar 8,03 MPa. Terjadi penurunan nilai kekuatan tarik menjadi sebesar 5,68 MPa dari sampel 80:20 5% APTES serta 3,76 MPa untuk nilai kuat tarik pada sampel 70:30 5% APTES. Penambahan *filler* hidroksiapatit yang cukup banyak juga mempengaruhi nilai sifat mekanik, dimana HA sendiri memiliki

sifat mekanik yang rendah dan brittle⁶⁶. Sehingga, hal tersebut dapat menyebabkan sifat mekanik komposit PLLA/nHAp yang dalam hal ini adalah kuat tarik juga ikut menurun seiring dengan bertambahnya jumlah komposisi nHAp pada komposit tersebut.

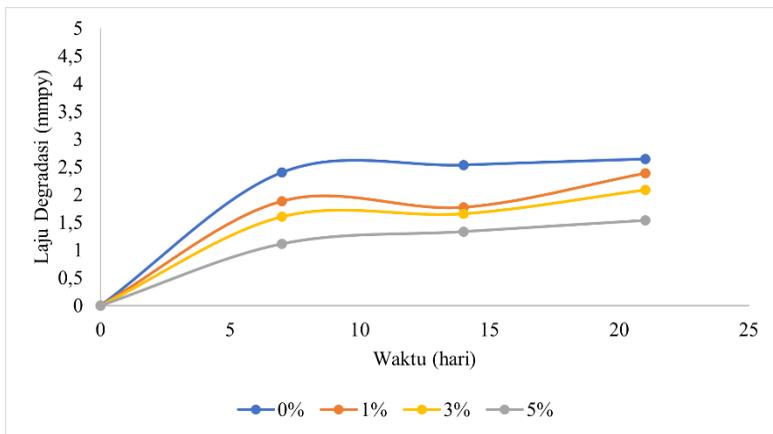
4.5 Hasil Pengujian Weight Loss

Pengujian *weight loss* ini dilakukan untuk mengetahui biodegradasi serta perkiraan *degradation time* komposit PLLA/nHAp yang didasarkan pada pengurangan berat.

Hasil dari pengujian *weight loss* tersebut ditunjukkan pada grafik Gambar 4.11 dan ditunjukkan laju degradasinya pada Gambar 4.12 di bawah.



Gambar 4.11 Grafik pengaruh penambahan APTES terhadap biodegradasi pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.



Gambar 4.12 Grafik pengaruh penambahan APTES terhadap laju degradasi pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

Adapun nilai *weight loss* secara rinci ditunjukkan pada Tabel 4.5 berikut, dimana *weight loss* dihitung pada sampel tanpa penambahan APTES, dan penambahan APTES dengan variasi 1%, 3%, dan 5%. Perhitungan *weight loss* dilakukan dalam kurun waktu 21 hari dengan masa evaluatif setiap 7 hari.

Tabel 4.5 Pengaruh penambahan APTES terhadap biodegradasi pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

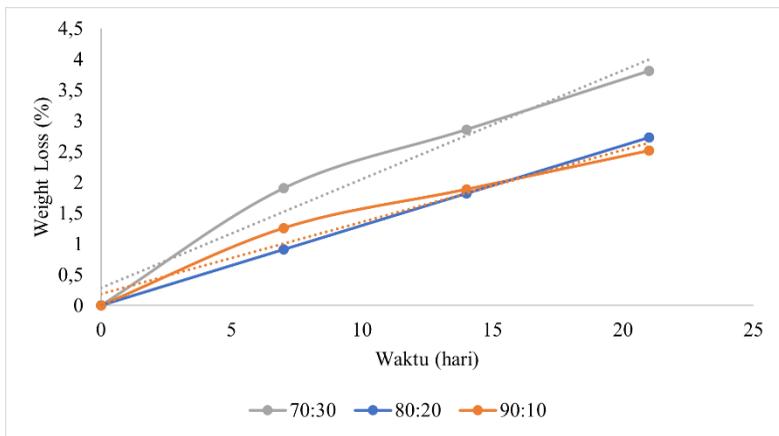
| Sampel | <i>Weight Loss</i> (%) | | |
|--------|------------------------|------------|------------|
| | Hari ke-7 | Hari ke-14 | Hari ke-21 |
| 0% | 1,82 | 3,64 | 4,55 |
| 1% | 1,74 | 2,61 | 4,35 |
| 3% | 1,55 | 2,33 | 3,88 |
| 5% | 0,91 | 1,82 | 2,73 |

Pada hari ke-21, komposit PLLA/nHAp dengan tanpa penambahan APTES memiliki presentase *weight loss* tertinggi yaitu sebesar 4,55% dengan laju degradasi 2,64 mmpy. Terjadi penurunan nilai *weight loss* seiring dengan peningkatan

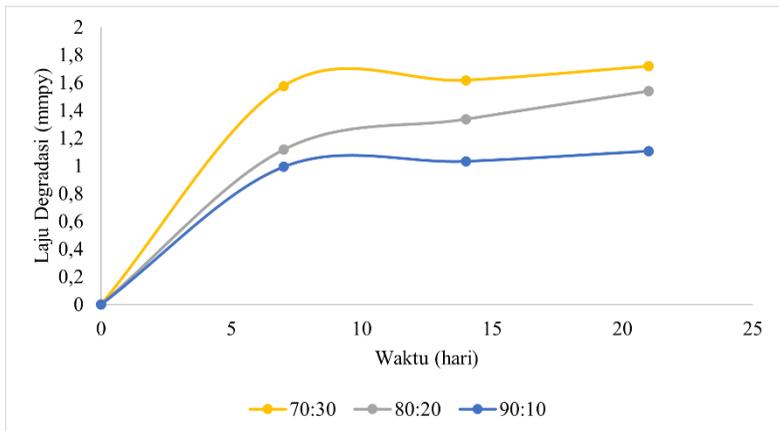
konsentrasi penambahan APTES, yaitu 4,35% untuk 1% APTES dengan laju degradasi 2,20 mmpy; 3,88% untuk 3% APTES dengan laju degradasi 2,09 mmpy; dan yang terendah adalah penambahan 5% APTES dengan nilai *weight loss* sebesar 2,73% dan laju degradasi sebesar 1,54 mmpy.

Terjadinya penurunan tersebut menunjukkan bahwa dengan bertambahnya kandungan APTES, maka penurunan massanya semakin sedikit dan laju degradasi akan semakin menurun⁶⁹. Hal ini dapat dikarenakan APTES sebagai *coupling agent* mampu memperkuat ikatan antarmuka antara matriks dan *filler*, dimana dalam hal ini adalah PLLA dan nHAp, sehingga ikatan yang lebih kuat tersebut dapat membuat material komposit bertahan dan tidak hanyut oleh *body fluid* ketika ditransplantasikan ke dalam tubuh.⁷⁰

Selain dipengaruhi oleh konsentrasi *coupling agent*, *weight loss* juga dihitung pada sampel dengan perbandingan komposisi komposit yang berbeda, yaitu PLLA:nHAp 90:10, 80:20, dan 70:30 dengan 5% APTES. Perhitungan *weight loss* juga dilakukan dalam kurun waktu 21 hari dengan masa evaluatif setiap 7 hari. Hasil dari perhitungan tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.13 di bawah dan ditunjukkan pula grafik laju degradasinya pada Gambar 4.14.



Gambar 4.13 Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap biodegradasi dengan penambahan 5% APTES.



Gambar 4.14 Grafik pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap laju degradasi dengan penambahan 5% APTES.

Adapun nilai *weight loss* secara rinci ditunjukkan pada Tabel 4.6 di bawah.

Tabel 4. 6 Pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap biodegradasi dengan penambahan 5% APTES.

| Sampel | Weight Loss (%) | | |
|--------|-----------------|------------|------------|
| | Hari ke-7 | Hari ke-14 | Hari ke-21 |
| 70:30 | 1,90 | 2,86 | 3,81 |
| 80:20 | 0,91 | 1,82 | 2,73 |
| 90:10 | 1,26 | 1,89 | 2,52 |

Berdasarkan hasil perhitungan di atas, pada hari ke-21 komposit PLLA:nHAp 70:30 5% APTES memiliki nilai *weight loss* yang paling besar yaitu 3,81% dengan laju degradasi 1,72 mmpy, hal tersebut berarti terjadi degradasi komposit yang cepat. Untuk komposit PLLA:nHAp 90:10 5% APTES memiliki degradasi yang paling lama dengan nilai *weight loss* sebesar 2,52% dan laju degradasi sebesar 1,11 mmpy. Hal tersebut sesuai dengan pengujian SEM, di mana pada hasil pengujian tersebut menunjukkan permukaan komposit PLLA:nHAp 70:30 5% APTES terdapat banyak rongga serta matriks dan *filler* yang tidak berikatan secara sempurna. Hal tersebut sesuai dengan teori bahwa semakin besar perbandingan komposisi campuran material menyebabkan kerapatan permukaan menurun⁷¹. Terdapatnya banyak rongga pada permukaan sampel memungkinkan larutan PBS masuk ke dalam rongga-rongga tersebut serta menyebabkan semakin luasnya permukaan dari sampel yang bersentuhan dengan larutan PBS dan hanyut oleh larutan PBS⁷¹. Berbeda halnya dengan komposit PLLA:nHAp 80:20 5% APTES dan 90:10 5% APTES yang tidak ditemukan rongga pada permukaan sampel. Hal tersebut menyebabkan nilai *weight loss* yang lebih kecil daripada 70:30 5% APTES dan degradasi yang lebih lama.

Selain melakukan perhitungan *weight loss*, selanjutnya dapat ditentukan pula *degradation time* dari masing-masing sampel menggunakan metode regresi linier. Nilai *degradation time* pada

sampel dengan konsentrasi penambahan APTES yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 4.7 di bawah.

Tabel 4. 7 Pengaruh penambahan persentase APTES terhadap *degradation time* pada komposisi PLLA/nHAp 80:20.

| Sampel | <i>Degradation Time</i> (bulan) |
|---------------|--|
| 0% | 17,1 |
| 1% | 17,9 |
| 3% | 20,1 |
| 5% | 25,7 |

Sedangkan *degradation time* pada sampel dengan perbedaan komposisi komposit PLLA/nHAp dapat dilihat pada Tabel 4.8 di bawah.

Tabel 4. 8 Pengaruh perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp terhadap *degradation time* dengan penambahan 5% APTES.

| Sampel | <i>Degradation Time</i> (bulan) |
|---------------|--|
| 70:30 | 24,3 |
| 80:20 | 25,7 |
| 90:10 | 36,8 |

Dari hasil pengujian biodegradasi menggunakan larutan PBS yang telah dilakukan, dapat dilihat bahwa seiring dengan penambahan konsentrasi APTES maka *degradation time*-nya akan semakin lama dan semakin tinggi perbandingan nHAp juga membuat *degradation time* material semakin lama. Semua sampel pengujian dapat dikatakan memenuhi masa standar penyembuhan tulang, dimana pada proses penyembuhan tulang membutuhkan waktu sekitar 6 minggu serta adanya proses remodeling tulang yang membutuhkan waktu 6 bulan^{72,73}. Hal ini sesuai dengan teori massa biodegradasi PLLA, dimana *half-life* PLLA pada larutan *normal saline* dengan temperatur 37°C adalah antara 4-6 bulan³⁸ dan untuk total *degradation time*-nya lebih dari 24 bulan.³⁹

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini yaitu :

1. Penambahan *3-aminopropyltriethoxysilane* (APTES) dapat meningkatkan ikatan material komposit, yang dalam hal ini adalah matriks PLLA dan *filler* nHAp. Penambahan konsentrasi APTES juga meningkatkan sifat mekanik baik kekuatan tekan maupun kekuatan tarik, dimana nilai kuat tekan dan kuat tarik yang paling baik dimiliki oleh PLLA/nHAp 80:20 5% APTES yaitu sebesar masing-masing 34,63 Mpa dan 5,68 MPa. Selain itu penambahan APTES juga meningkatkan *degradation time* serta menurunkan *degradation rate* komposit. *Degradation time* paling lama dimiliki oleh 80:20 5% APTES selama 25,7 bulan serta *degradation rate* nya 1,54 mmpy.
2. Kenaikan rasio perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp meningkatkan sifat mekanik kekuatan tekan dan kekuatan tarik, dimana nilai kuat tekan dan kuat tarik paling baik dimiliki oleh PLLA/nHAp 90:10 5% APTES, yaitu sebesar masing-masing 47,73 MPa dan 8,03 MPa. Selain itu kenaikan rasio perbandingan komposisi komposit PLLA/nHAp juga meningkatkan *degradation time* serta menurunkan *degradation rate* komposit. *Degradation time* yang paling lama dimiliki oleh 90:10 5% APTES selama 36,8 bulan serta *degradation rate* nya 1,11 mmpy. 90:10 5% APTES merupakan material yang memiliki hasil pengujian paling baik dan untuk *mechanical properties* nya lebih tinggi daripada variasi lainnya.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan melalui penelitian ini adalah:

-
1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terkait perbandingan komposisi material komposit serta persentase coupling agent yang sesuai untuk meningkatkan nilai *mechanical properties* komposit agar sesuai dengan *mechanical properties* tulang kortikal.
 2. Melakukan pengujian *Transmission Electron Microscope* (TEM) untuk melihat morfologi serta distribusi dari material komposit lebih dalam dan lebih jelas lagi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Sudoyo, A. W. *Buku Ajar Ilmu Penyakit Dalam Jilid II / FKUI*. (Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia (FKUI), 2009).
2. A. Hermanto, Y. Burhanudin & I. Sukmana. Peluang dan Tantangan Aplikasi Baut Tulang Mampu Terdegradasi Berbasis Logam Magnesium. *Dinamika Teknik Mesin* **6**, 93–98 (2016).
3. Blaiewicz, S., Chlopek, J., Litak, A., Wajler, C. & Staszkbw+, E. *Experimental study of mechanical properties of composite carbon screws*. *Biomaterials* vol. 18 (1997).
4. Taljalovic. Fracture Fixation. *Radiographic* **23**, (2003).
5. Dahlan, K., Suptijah, P. & Kemala, T. SINTESIS DAN KARAKTERISASI BOKOMPOSIT BCP/KOLAGEN SEBAGAI MATERIAL PERANCAH TULANG Synthesis and Characterization of Biocomposite BCP/Collagen for Bone Material Scaffold. doi:10.17844/jphpi.2016.19.3.356.
6. Hartono, Mochammad Rifai & Handoko Subawi. *Pengenalan Teknik Komposit*. (Deepublish, 2016).
7. Artha Wirawan, W. *et al*. ANALISIS PENAMBAHAN COUPLING AGENT TERHADAP SIFAT TARIK BOKOMPOSIT KULIT WARU (HIBISCUS TILIACEUS)-POLYESTER. *Jurnal Rekayasa Mesin* **9**, 35–41 (2018).
8. Morgan, E. F., Gleason, R. E., Hayward, L. N. M., Leong, P. L. & Salisbury Palomares, K. T. Mechanotransduction and fracture repair. in *Journal of Bone and Joint Surgery - Series A* vol. 90 25–30 (2008).
9. Hideki, A. *Science and Medical Application of Hydroxyapatite*. (JAAS, 1991).
10. Kalfas, I. H. Principles of bone healing. *Neurosurg Focus* **10**, (2001).

11. Sihombing, I. *et al.* *PERAN ESTROGEN PADA REMODELING TULANG*.
12. Khurana, J. *Bone Pathology*. (Humana Press, 2009).
13. Mahyudin, F. *Graf Tulang & Material Pengganti Tulang: Karakteristik dan Strategi Aplikasi Klinis*. (Pusat Penerbitan dan Percetakan Universitas Airlangga (AUP), 2018).
14. Engram, B. *Rencana asuhan keperawatan medikal bedah Volume 3*. (EGC, 1999).
15. Wedel Vicki L. *Broken Bones: Anthropological Analysis of Blunt Force Trauma*. (Springfield, 2014).
16. Chaya, A. *et al.* Fracture Healing Using Degradable Magnesium Fixation Plates and Screws. *Journal of Oral and Maxillofacial Surgery* 1–16 (2014).
17. Patka, P. Damage control and intramedullary nailing for long bone fractures in polytrauma patients. *Injury* **48**, S7–S9 (2017).
18. Maurus, P. B. & Kaeding, C. C. Bioabsorbable Implant Material Review. *Operative Techniques in Sports Medicine* **12**, 158–160 (2004).
19. Pinczewski, L. A. & Salmon, L. J. Editorial Commentary: The Acrid Bioscrew in Anterior Cruciate Ligament Reconstruction of the Knee. *Arthroscopy - Journal of Arthroscopic and Related Surgery* vol. 33 2195–2197 (2017).
20. Suchenski, M. *et al.* Material Properties and Composition of Soft-Tissue Fixation. *Arthroscopy - Journal of Arthroscopic and Related Surgery* **26**, 821–831 (2010).
21. Ricci, M. A., Manzo, C., Garcia, M. F., Lakadamyali, M. & Cosma, M. P. Chromatin Fibers Are Formed by Heterogeneous Groups of Nucleosomes In Vivo. *Cell* **160**, 1145–1158 (2015).
22. Herrera, C. M., Medrano, M. & Bazaga, P. Comparative spatial genetics and epigenetics of plant populations:

- Heuristic value and a proof of concept. *Molecular Ecology* **25**, 1653–1664 (2016).
23. ISO 5835. Implants for surgery — Metal bone screws with hexagonal drive connection, spherical under-surface of head, asymmetrical thread — Dimensions. (1991).
 24. Dr. Iwan Budiwan Anwar Sp.OT. Penurunan Kekuatan Tulang dan Peningkatan Resiko Fraktur terhadap Gaya Bending dan Torsional Akibat Pencabutan Screw yang Patah dengan Hollow Reamer. (2010).
 25. Syafira Widya Karima. Identifikasi Faktor Penentu Keberhasilan Peningkatan Karakteristik Mekanik Bioscrew. (2020).
 26. Nasrulah, M. PENGEMBANGAN DESAIN OPTIMAL BONE SCREW UNTUK IMPLAN ORTOPEDI MENGGUNAKAN ANSYS : PENGARUH DIAMETER SCREW DAN PEMILIHAN MATERIAL . (2016).
 27. Warastuti, Y., Budianto, E. & Darmawan, D. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Khitosan-Poli(Vinil Alkohol) untuk Aplikasi Biomaterial (Yessy Warastuti). (2012).
 28. Yaszemski, M. *et al.* *Materials in Orthopedic*. (Marcell Dekker.INC, 2002).
 29. Anwar, S. & Solechan. Analisa Karakteristik dan Sifat Mekanik Scaffold Rekonstruksi Mandibula dari Material Biphasis Calcium Phosphate dengan Penguat Cangkang Kerang Srimping dan Gelatin Menggunakan Metode Functionally Graded Material. in *SNATIF Ke -1* (Fakultas Teknik Universitas Muria Kudus, 2014).
 30. Smallman, R. E. & Ngan, A. H. W. *Physical Metallurgy and Advanced Materials, Seventh Edition*. (Sabre Foundation Book, 2007).
 31. Hench, L. L. *Bioceramics: From Concept to Clinic*.

-
32. Yildirim, O. *Preparation and Characterization of Chitosan /Calcium Phosphate Based Composite Biomaterials*. (2004).
 33. Gergely, G. *et al.* Preparation and characterization of hydroxyapatite from eggshell. *Ceramics International* **36**, 803–806 (2010).
 34. Prakasam, M. *et al.* Fabrication, Properties and Applications of Dense Hydroxyapatite: A Review. *Journal of Functional Biomaterials* **6**, 1099–1140 (2015).
 35. Lao, Y. *Digital Commons @ NJIT Study of poly (l-lactic acid)/poly (d-lactic acid) stereocomplex as nucleating agent for poly (l-lactic acid) crystallization Recommended Citation*. <https://digitalcommons.njit.edu/theses/173>.
 36. Pohanka, M. Review Article D-Lactic Acid as a Metabolite : Toxicology , Diagnosis , and Detection. **2020**, (2020).
 37. Sheikh, Z. *et al.* Biodegradable materials for bone repair and tissue engineering applications. *Materials* **8**, 5744–5794 (2015).
 38. Horvath, T. *et al.* The mechanical properties of polyethylene-terephthalate (PET) and polylactic-acid (PDLA and PLLA), the influence of material structure on forming. in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* vol. 426 (Institute of Physics Publishing, 2018).
 39. Sheikh, Z. *et al.* Biodegradable materials for bone repair and tissue engineering applications. *Materials* **8**, 5744–5794 (2015).
 40. Hou, S., Bao, C., Zhang, Z. & Bai, Y. Microstructure and wear behavior of high-Cr WCI matrix surface composite reinforced with cemented carbide rods. in *Journal of Materials Engineering and Performance* vol. 22 2064–2072 (2013).
-

41. Alexander, M., Karla, K. A. & Sofia, E. T. *100 Tanya - Jawab Mengenai Osteoporosis dan Osteopenia*. (Indeks, 2011).
42. Islam, M. R. & Beg, M. D. H. Effect Of Coupling Agent On Mechanical Properties Of Composite From Kenaf And Recycled Polypropylene. (2010).
43. Xie, Y., Callum, A. S. H., Zefang, X., Holger, M. & Carsten, M. Silane Coupling Agents Used for Natural Fiber/Polymer Composites: A review. *Composites Part A* **41**, 806–819 (2010).
44. Shokoohi, S., Arefazar, A. & Khosrokhavar, R. Silane coupling agents in polymer-based reinforced composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites* **27**, 473–485 (2008).
45. Smith, E. A. & Chen, W. How to prevent the loss of surface functionality derived from aminosilanes. *Langmuir* **24**, 12405–12409 (2008).
46. Acres, R. G. *et al.* Molecular structure of 3-aminopropyltriethoxysilane layers formed on silanol-terminated silicon surfaces. *Journal of Physical Chemistry C* **116**, 6289–6297 (2012).
47. Dupraz, A. M. P., de Wijn, J. R., Meer, S. A. T. V. D. & de Groot, K. *Characterization of silane-treated hydroxyapatite powders for use as filler in biodegradable composites*.
48. Peng, J., Zhao, X., Wang, W. & Gong, X. Durable Self-Cleaning Surfaces with Superhydrophobic and Highly Oleophobic Properties. *Langmuir* (2019) doi:10.1021/acs.langmuir.9b01507.
49. Hermanson, G. T. Microparticles and Nanoparticles. in *Bioconjugate Techniques* 549–587 (Elsevier, 2013). doi:10.1016/b978-0-12-382239-0.00014-5.
50. Dounghom, P. & Jiamjiroch, K. Analysis of Printing Pattern and Infiltration Percent over the Tensile Properties of PLA Printed Parts by a Fuse Deposition Modelling

-
- Printer. in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* vol. 501 (Institute of Physics Publishing, 2019).
51. Tanaka, H., Baba, M. & Hino, R. *SURFACE MODIFICATION OF CALCIUM HYDROXYAPATITE WITH 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE. Phosphorus Research Bulletin* vol. 18 (2005).
 52. Tanaka, H., Baba, M. & Hino, R. *SURFACE MODIFICATION OF CALCIUM HYDROXYAPATITE WITH 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE. Phosphorus Research Bulletin* vol. 18 (2005).
 53. Arief Siregar, R., Ahmad, D. & Rangkuti, R. Jurnal Rekayasa Material, Manufaktur dan Energi Pembuatan Cetakan Kotak Sabun Pada Mesin Injection Molding Plastik. *Jurnal Rekayasa Material, Manufaktur dan Energi* **1**, 57–63 (2018).
 54. Rizky Amrila Jaya. STUDI KARAKTERISTIK MATERIAL SILICONE RUBBER RTV 683 TERHADAP SIFAT FISIK DAN MEKANIK DENGAN BAHAN ADITIF SERBUK TALEK. (2019).
 55. Oktaviana, R., Sitorus, B., Bara, M., Malino, allo & Hadari Nawawi, J. H. PENGARUH 3-AMINOPROPYLTRIETHOXYSILANE TERHADAP SIFAT DAN MORFOLOGI KOMPOSIT KARET ALAM-SELULOSA TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT. **4**, 94–100 (2015).
 56. Astabi, A., Raharjo, W. W. & Sukanto, H. *PENGARUH KONSENTRASI SILANE COUPLING AGENT TERHADAP SIFAT TARIK KOMPOSIT SERAT KENAF-POLYPROPYLENE.*
 57. Hizbillah, H. Analisis Pengaruh Silane Coupling Agent dan Rasio Porogen terhadap Morfologi, Sifat Mekanik, dan Biodegradasi 3D Scaffolds Komposit PLLA/Nano-Hidroksiapatit. (2021).
-

-
58. Dian, O. ;, Widiasih, A., Pembimbing, D. & Ni'mah, H. *STUDI PROPERTI POLY (L-LACTIC ACID) (PLLA) : EFEK PENAMBAHAN JENIS PLASTICIZER DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018*. (1984).
 59. Zhang, C. Y., Lu, H., Zhuang, Z., Wang, X. P. & Fang, Q. F. Nano-hydroxyapatite/poly(L-lactic acid) composite synthesized by a modified in situ precipitation: Preparation and properties. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* **21**, 3077–3083 (2010).
 60. Lung, C. Y. K., Sarfraz, Z., Habib, A., Khan, A. S. & Matinlinna, J. P. Effect of silanization of hydroxyapatite fillers on physical and mechanical properties of a bis-GMA based resin composite. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* **54**, 283–294 (2016).
 61. Atak, B. H. *et al.* Preparation and characterization of amine functional nano-hydroxyapatite/chitosan bionanocomposite for bone tissue engineering applications. *Carbohydrate Polymers* **164**, 200–213 (2017).
 62. Dian, O. ;, Widiasih, A., Pembimbing, D. & Ni'mah, H. *STUDI PROPERTI POLY (L-LACTIC ACID) (PLLA) : EFEK PENAMBAHAN JENIS PLASTICIZER DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2018*. (1984).
 63. Lee, S. H. & Wang, S. Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **37**, 80–91 (2006).
 64. Cai, X. *et al.* Preparation and characterization of homogeneous chitosan-poly(lactic acid)/hydroxyapatite nanocomposite for bone tissue engineering and evaluation of its mechanical properties. *Acta Biomaterialia* **5**, 2693–2703 (2009).
-

-
65. Dewi, S. U. PEMBUATAN KOMPOSIT KALSIMUM FOSFAT-KITOSAN DENGAN METODE SONIKASI . (2009).
 66. Djustiana, N., Karlina, E., Cahyanto, A., Hasratiningsih, Z. & Nurhayati, R. Uji Kekerasan Resin Komposit Olahan Sendiri dengan Filler Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Air Tawar. *Jurnal Material Kedokteran Gigi* **2**, 45–50 (2018).
 67. Prasetyo, D. & Wisnu Raharjo, W. *PENGARUH PENAMBAHAN COUPLING AGENT TERHADAP KEKUATAN MEKANIK KOMPOSIT POLYESTER-CANTULA DENGAN ANYAMAN SERAT 3D ANGLE INTERLOCK*. vol. 12 (2013).
 68. Lee, S. H. & Wang, S. Biodegradable polymers/bamboo fiber biocomposite with bio-based coupling agent. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **37**, 80–91 (2006).
 69. Novitasari. Analisis Laju Degradasi Injectable Bone Substitute (IBS) dengan Variasi Penambahan Alendronate. (2016).
 70. Shuai, C., Yu, L., Feng, P., Gao, C. & Peng, S. Interfacial reinforcement in bioceramic/biopolymer composite bone scaffold: The role of coupling agent. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* vol. 193 (2020).
 71. Triyono, J., Tantomo Christiawan, B. & Masykur, A. Karakterisasi dan Laju Biodegradasi Biokomposit Serbuk Tulang Sapi/Shellac/Tepung Tapioka sebagai Material Pengisi Tulang. *Mekanika: Majalah Ilmiah Mekanika* **19**, (2020).
 72. Rosier, R. *Orthopaedics In: Principles of surgery* . vol. 2 (McGraw-Hill Co., 1999).
 73. Topazian, R., Goldberg, M. & Hupp, J. *Oral and Maxillofacial Infection*. (WB Saunders Co., 2002).
-

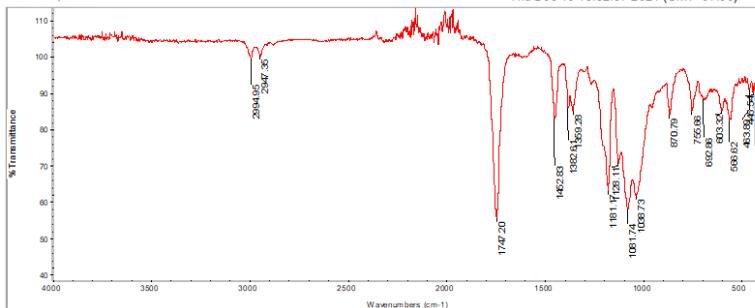
LAMPIRAN

Lampiran 1 : FTIR

1. Hasil Pengujian FTIR 80:20 0% APTES

Title: 80:20 0%

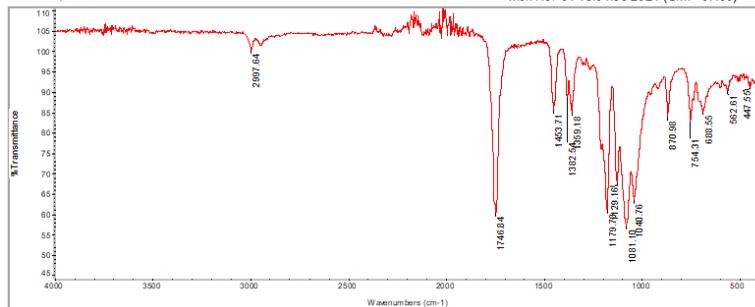
Thu Dec 16 15:52:37 2021 (GMT+07:00)



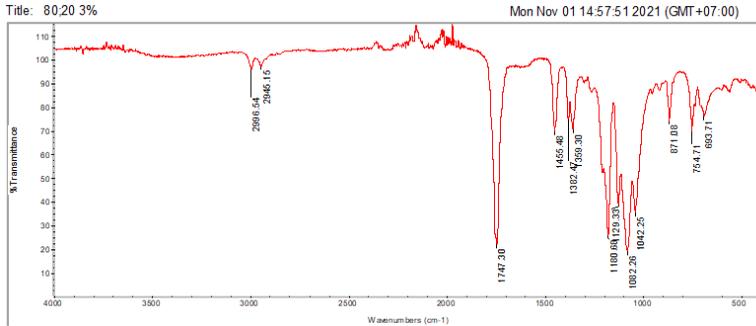
2. Hasil Pengujian FTIR 80:20 1% APTES

Title: 80:20 1%

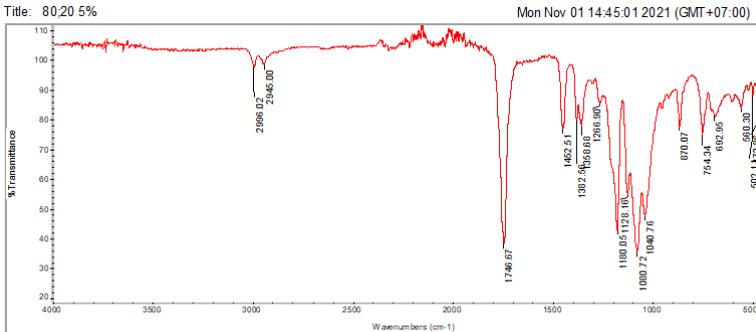
Mon Nov 01 15:01:33 2021 (GMT+07:00)



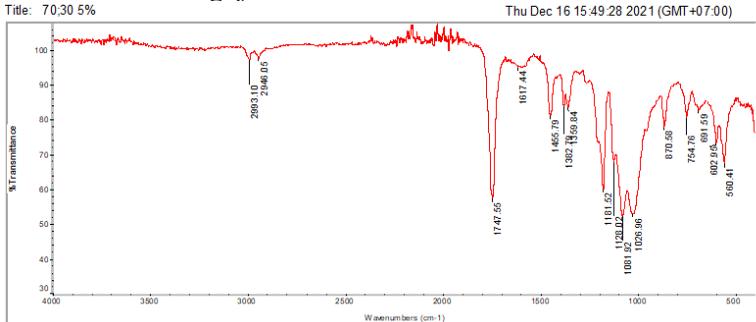
3. Hasil Pengujian FTIR 80:20 3% APTES



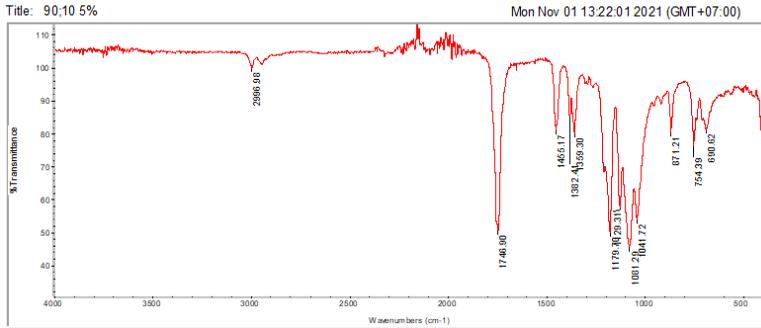
4. Hasil Pengujian FTIR 80:20 5% APTES



5. Hasil Pengujian FTIR 70:30 5% APTES

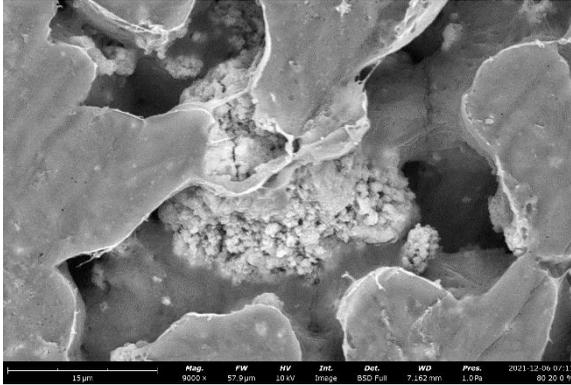


6. Hasil Pengujian FTIR 90:10 5% APTES

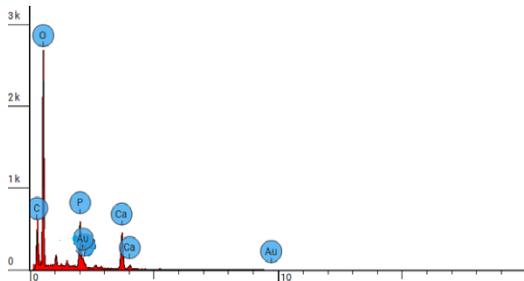


Lampiran 2 : SEM/EDX

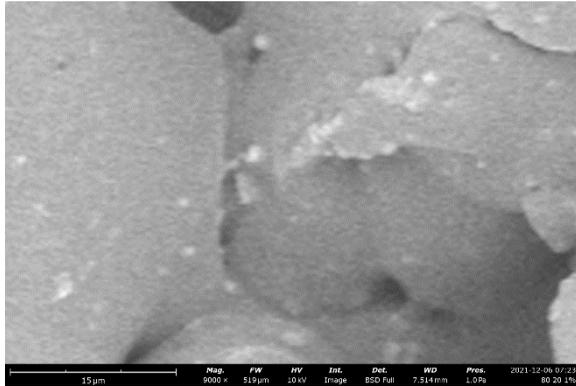
1. SEM/EDX 80:20 0%



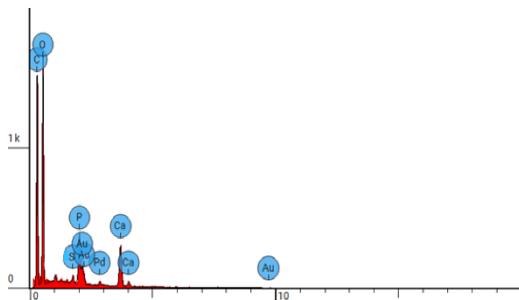
| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 14.077 | 8.100 |
| 8 | O | Oxygen | 62.225 | 47.700 |
| 15 | P | Phosphorus | 6.400 | 9.500 |
| 20 | Ca | Calcium | 13.540 | 26.000 |
| 79 | Au | Gold | 0.476 | 4.500 |



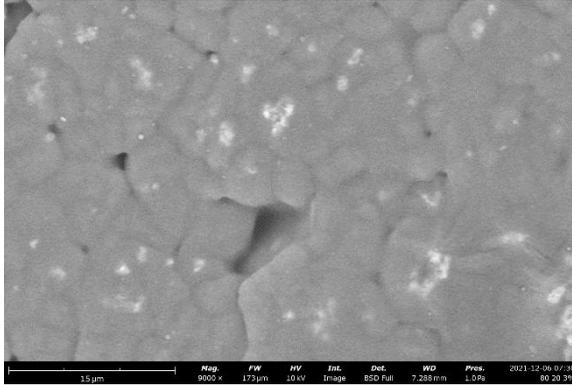
2. SEM/EDX 80:20 1%



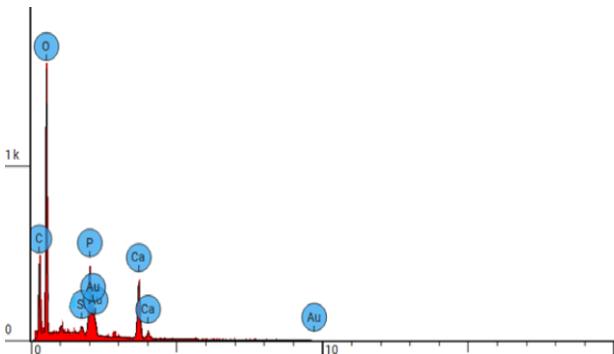
| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 42.060 | 26.900 |
| 8 | O | Oxygen | 42.604 | 36.300 |
| 14 | Si | Silicon | 0.401 | 0.600 |
| 15 | P | Phosphorus | 4.122 | 6.800 |
| 20 | Ca | Calcium | 9.230 | 19.700 |
| 79 | Au | Gold | 0.676 | 7.100 |



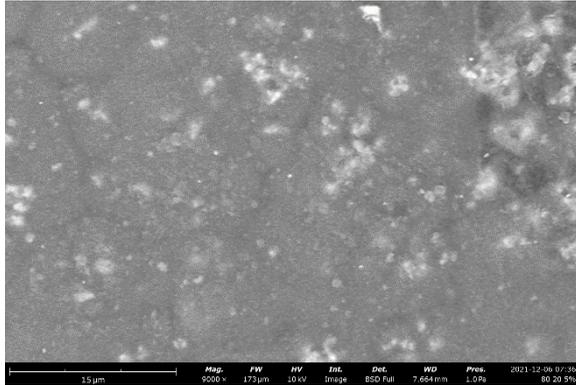
3. SEM/EDX 80:20 3%



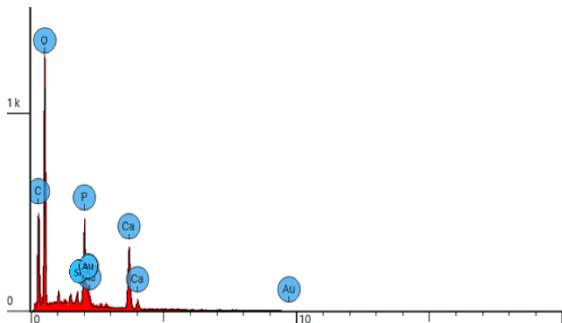
| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 18.709 | 10.190 |
| 8 | O | Oxygen | 57.001 | 41.359 |
| 14 | Si | Silicon | 0.549 | 0.699 |
| 15 | P | Phosphorus | 6.542 | 9.191 |
| 20 | Ca | Calcium | 15.005 | 27.273 |
| 79 | Au | Gold | 1.139 | 10.190 |



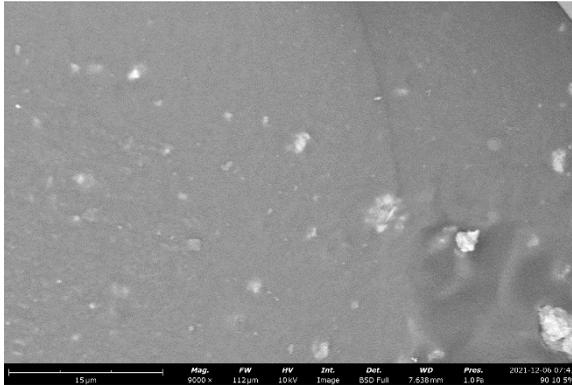
4. SEM EDX 80:20 5%



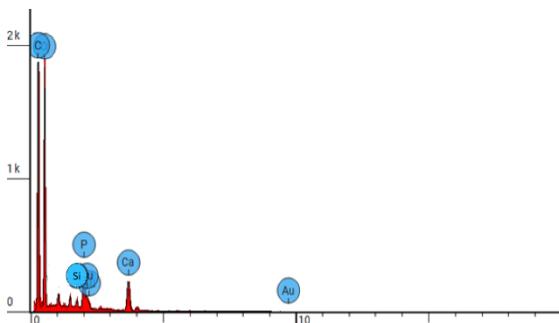
| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 23.089 | 13.087 |
| 8 | O | Oxygen | 51.332 | 38.761 |
| 14 | Si | Silicon | 0.754 | 0.999 |
| 15 | P | Phosphorus | 7.106 | 10.390 |
| 20 | Ca | Calcium | 15.105 | 28.571 |
| 79 | Au | Gold | 0.633 | 5.894 |



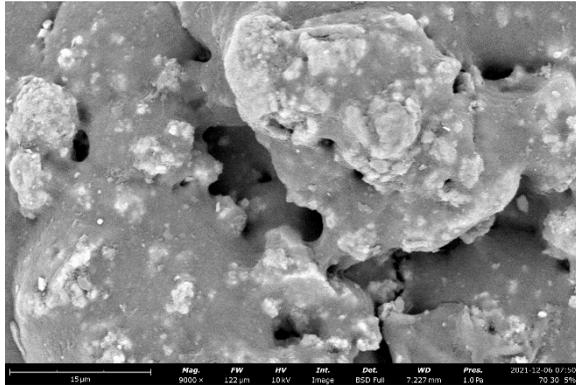
5. SEM/EDX 90:10 5%



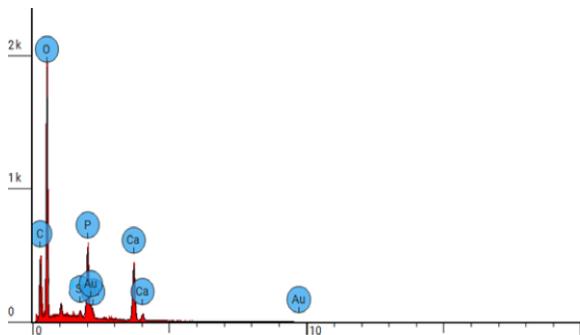
| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 47.347 | 33.267 |
| 8 | O | Oxygen | 40.022 | 37.463 |
| 14 | Si | Silicon | 0.486 | 0.799 |
| 15 | P | Phosphorus | 3.417 | 6.194 |
| 20 | Ca | Calcium | 6.348 | 14.885 |
| 79 | Au | Gold | 0.390 | 4.496 |



6. SEM EDX 70:30 5%



| Element Number | Element Symbol | Element Name | Atomic Conc. | Weight Conc. |
|----------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| 6 | C | Carbon | 16.414 | 9.291 |
| 8 | O | Oxygen | 58.424 | 44.056 |
| 14 | Si | Silicon | 0.453 | 0.599 |
| 15 | P | Phosphorus | 7.390 | 10.789 |
| 20 | Ca | Calcium | 15.443 | 29.171 |
| 79 | Au | Gold | 0.494 | 4.595 |



Lampiran 2 : Uji Tekan

1. Hasil Pengujian Tekan 80:20 0% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukohilo, Surabaya 60111

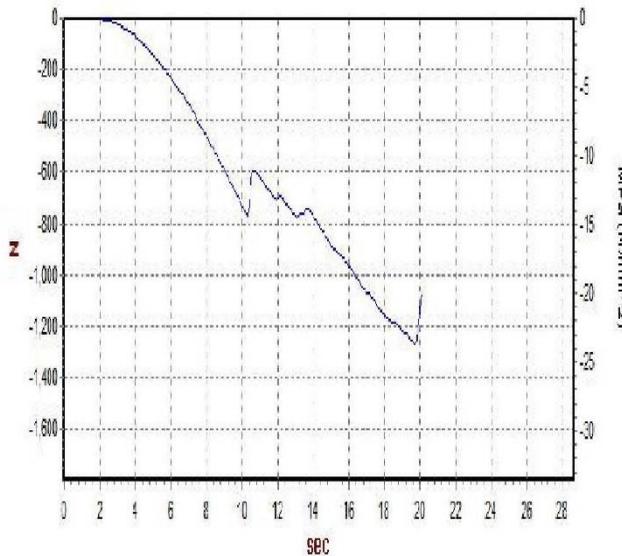


TEST REPORT

Information : Desember 3

Date :

| Specimens | Area mm ² | Max Force N | Yield Strength N/mm ² | Compressive Str N/mm ² | Modulus of Elasticity (E) N/mm ² | Elongation % |
|-----------|-------------------------|----------------|-------------------------------------|--------------------------------------|--|-----------------|
| 80:20 0% | 63.617 | 1271.3 | 11.57 | 19.98 | 470.26 | 3.42 |



Tester : _____

Customer : _____

2. Hasil Pengujian Tekan 80:20 1% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

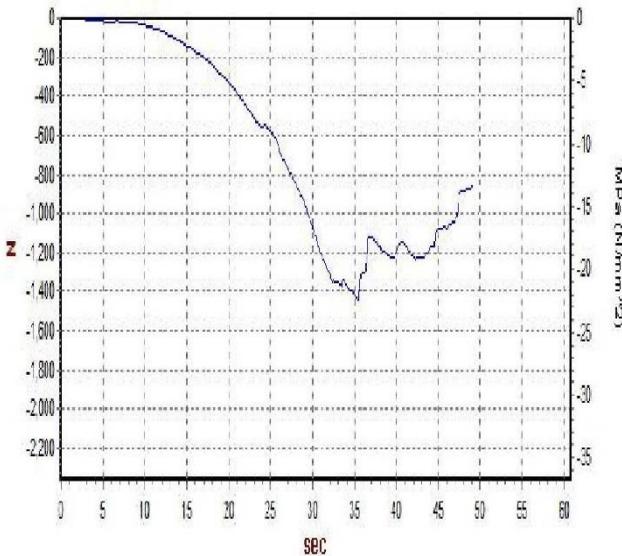


TEST REPORT

Information : Desember 3

Date :

| Specimens | Area mm^2 | Max Force N | Yield Strength N/mm^2 | Compressive Str N/mm^2 | Modulus of Elasticity (E) N/mm^2 | Elongation % |
|------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------------------|------------------------------------|--|-----------------|
| 80:20 1% A | 63.617 | 1440.7 | 8.64 | 22.65 | 516.71 | 9.53 |



Tester. : _____

Customer : _____

3. Hasil Pengujian Tekan 80:20 3% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

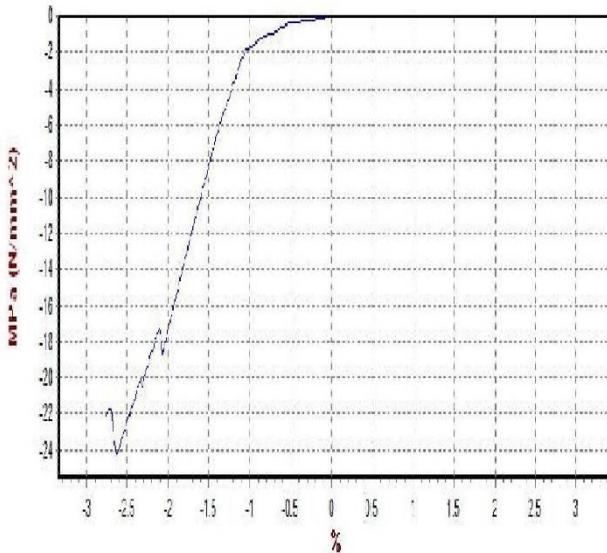


TEST REPORT

Information : November 4

Date :

| Specimens | Area mm ² | Max Force N | Yield Strength N/mm ² | Compressive Str N/mm ² | Modulus of Elasticity (E) N/mm ² | Elongation % |
|------------|-------------------------|----------------|-------------------------------------|--------------------------------------|--|-----------------|
| 80:20 3% A | 63.617 | 1543.6 | 17.35 | 24.26 | 1782.11 | |



Tester : _____

Customer : _____

4. Hasil Pengujian Tekan 80:20 5% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

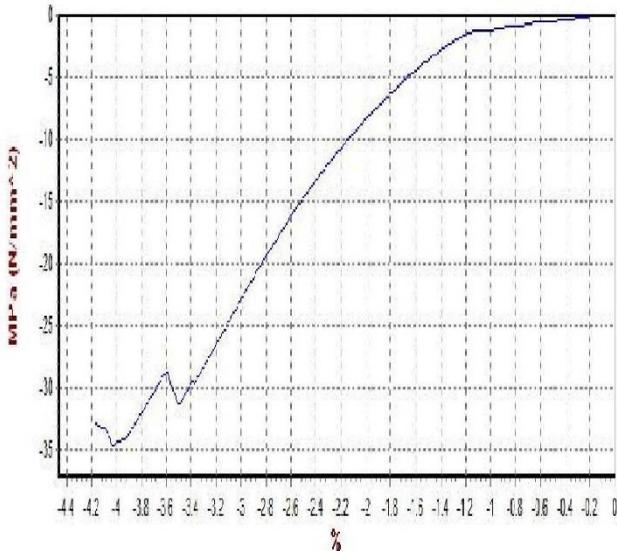


TEST REPORT

Information : November 4

Date :

| Specimens | Area mm^2 | Max Force N | Yield Strength N/mm^2 | Compressive Str N/mm^2 | Modulus of Elasticity (E) N/mm^2 | Elongation % |
|------------|-----------------------|----------------|-----------------------------------|------------------------------------|--|-----------------|
| 80:20 5% A | 63.617 | 2203.3 | 30.40 | 34.63 | 1464.11 | -0.05 |



Tester. : _____

Customer : _____

5. Hasil Pengujian Tekan 90:10 5% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

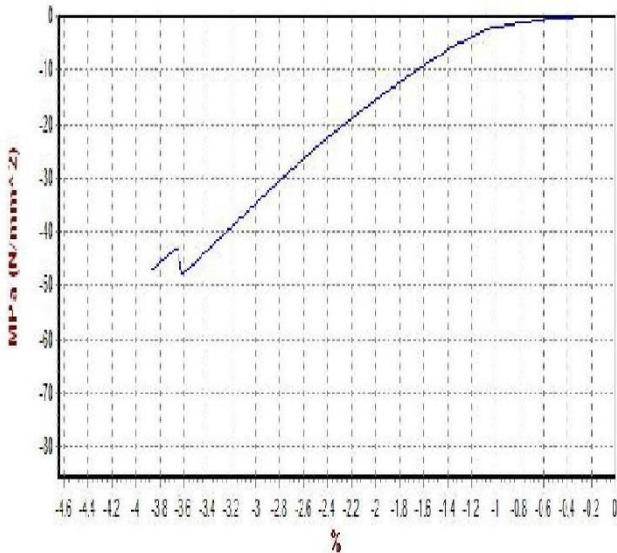


TEST REPORT

Information : November 4

Date :

| Specimens | Area mm ² | Max Force N | Yield Strength N/mm ² | Compressive Str N/mm ² | Modulus of Elasticity (E) N/mm ² | Elongation % |
|------------|-------------------------|----------------|-------------------------------------|--------------------------------------|--|-----------------|
| 90:10 5% A | 63.617 | 3036.5 | 47.73 | 47.73 | 1824.26 | -0.05 |



Tester : _____

Customer : _____

6. Hasil Pengujian Tekan 70:30 5% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

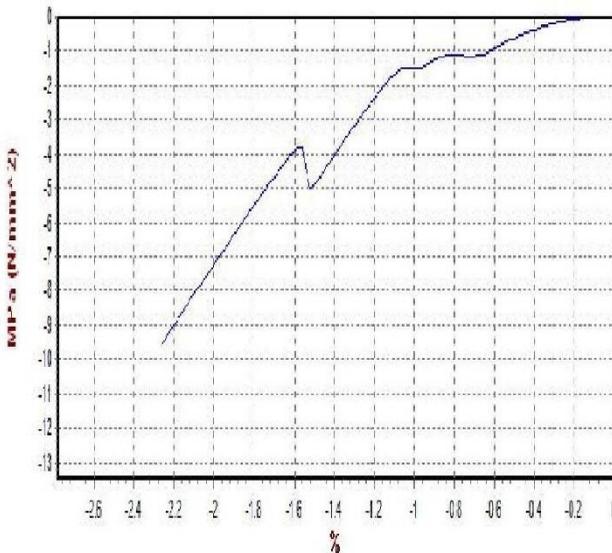


TEST REPORT

Information : November 4

Date :

| Specimens | Area mm^2 | Max Force N | Yield Strength N/mm^2 | Compressive Str N/mm^2 | Modulus of Elasticity (E) N/mm^2 | Elongation % |
|------------|-----------------------|----------------|-----------------------------------|------------------------------------|--|-----------------|
| 70:30 5% A | 63.617 | 607.2 | 3.97 | 9.54 | 364.81 | |



Tester. : _____

Customer : _____

Lampiran 3 : Uji Tarik

1. Hasil Pengujian Tarik 80:20 0% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

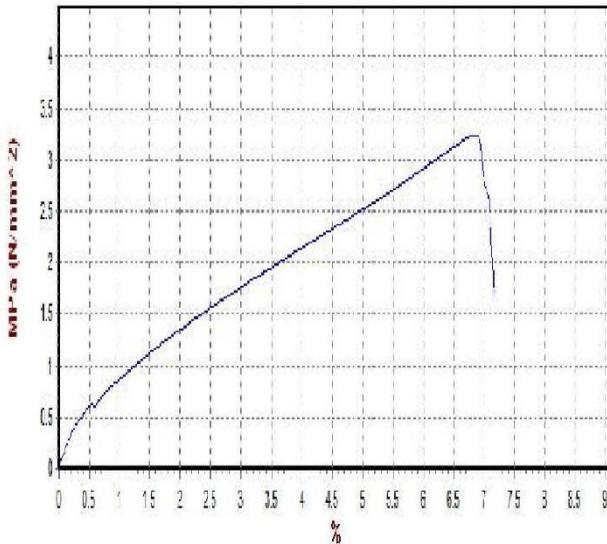


TEST REPORT

Information : Januari 1 2022

Date :

| Specimens | Area mm ² | Max Force N | Yield Strength N/mm ² | Tensile Strength N/mm ² | Young's Modulus (E) N/mm ² | Elongation % |
|-----------|-------------------------|----------------|-------------------------------------|---------------------------------------|--|-----------------|
| 80:20 0% | 30.000 | 97.2 | 2.54 | 3.24 | 12.64 | 7.17 |



Tester : _____

Customer : _____

2. Hasil Pengujian Tarik 80:20 1% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

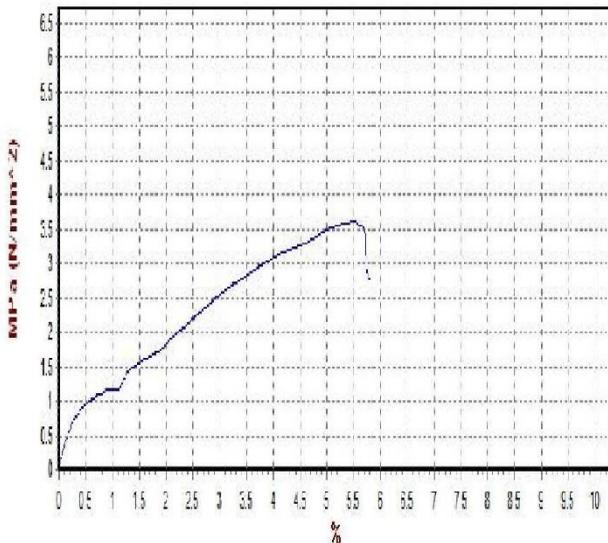


TEST REPORT

Information : Desember 4

Date :

| Specimens | Area | Max Force | Yield Strength | Tensile Strength | Young's Modulus (E) | Elongation |
|-----------|-----------------|-----------|-------------------|-------------------|---------------------|------------|
| | mm ² | N | N/mm ² | N/mm ² | N/mm ² | % |
| 80:20 1% | 30.000 | 108.2 | 3.21 | 3.61 | 19.29 | 5.83 |



Tester. : _____

Customer : _____

3. Hasil Pengujian Tarik 80:20 3% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

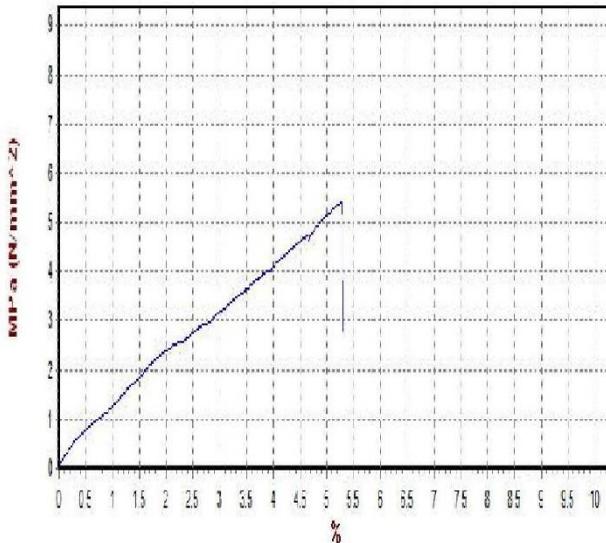


TEST REPORT

Information : Januari 1 2022

Date :

| Specimens | Area mm ² | Max Force N | Yield Strength N/mm ² | Tensile Strength N/mm ² | Young's Modulus (E) N/mm ² | Elongation % |
|-----------|-------------------------|----------------|-------------------------------------|---------------------------------------|--|-----------------|
| 80:20 3% | 30,000 | 162.5 | 0.98 | 5.42 | 25.84 | -5.31 |



Tester : _____

Customer : _____

4. Hasil Pengujian Tarik 80:20 5% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

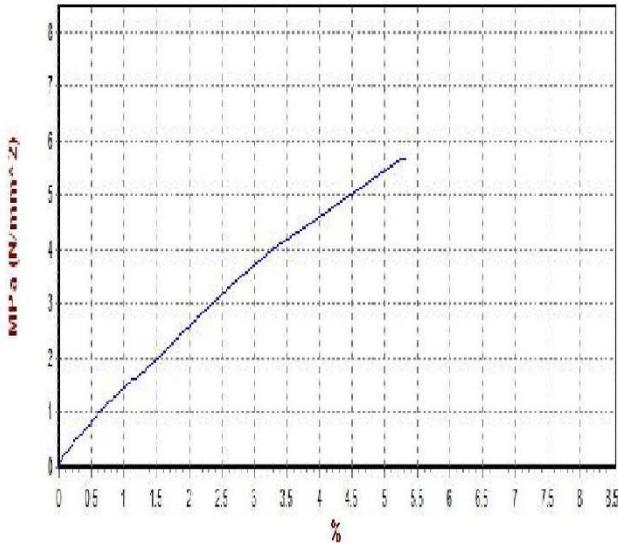


TEST REPORT

Information : Januari 1 2022

Date :

| Specimens | Area mm^2 | Max Force N | Yield Strength N/mm^2 | Tensile Strength N/mm^2 | Young's Modulus (E) N/mm^2 | Elongation $\%$ |
|-----------|-----------------------|-------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|--|--------------------|
| 80:20 5% | 30.000 | 170.5 | 4.23 | 5.68 | 35.54 | 5.35 |



Tester : _____

Customer : _____

5. Hasil Pengujian Tarik 90:10 5% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

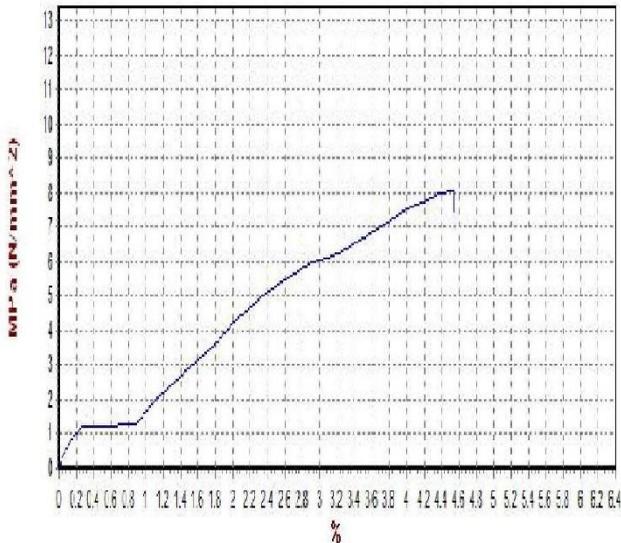


TEST REPORT

Information : Desember 4

Date :

| Specimens | Area mm ² | Max Force N | Yield Strength N/mm ² | Tensile Strength N/mm ² | Young's Modulus (E) N/mm ² | Elongation % |
|-----------|-------------------------|----------------|-------------------------------------|---------------------------------------|--|-----------------|
| 90:10 5% | 20,000 | 160.7 | 6.06 | 8.03 | 75.69 | 4.57 |



Tester : _____

Customer : _____

6. Hasil Pengujian Tarik 70:30 5% APTES



LABORATORIUM INOVASI MATERIAL
JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

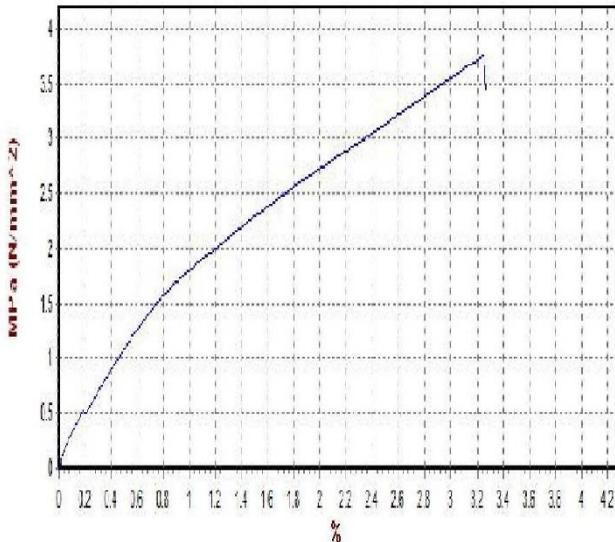


TEST REPORT

Information : Desember 4

Date :

| Specimens | Area mm^2 | Max Force N | Yield Strength N/mm^2 | Tensile Strength N/mm^2 | Young's Modulus (E) N/mm^2 | Elongation $\%$ |
|-----------|-----------------------|-------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|--|--------------------|
| 70:30 5% | 30.000 | 112.7 | 2.70 | 3.76 | 34.72 | 3.27 |



Tester. : _____

Customer : _____

Lampiran 4 : Pengujian *Weight Loss*

1. Persentase *Weight Loss* pada Variasi Penambahan APTES

| Sampel | H-0 | H-7 | WL (%) | H-14 | WL (%) | H-21 | WL (%) |
|----------|------|------|--------|------|--------|------|--------|
| 80:20 0% | 1.1 | 1.08 | 1.82 | 1.06 | 3.64 | 1.05 | 4.55 |
| 80:20 1% | 1.15 | 1.13 | 1.74 | 1.12 | 2.61 | 1.1 | 4.35 |
| 80:20 3% | 1.29 | 1.27 | 1.55 | 1.26 | 2.33 | 1.24 | 3.88 |
| 80:20 5% | 1.1 | 1.09 | 0.91 | 1.08 | 1.82 | 1.07 | 2.73 |

2. Persentase *Weight Loss* pada Variasi Perbandingan Komposisi PLLA:nHAP

| Sampel | H-0 | H-7 | WL (%) | H-14 | WL (%) | H-21 | WL (%) |
|----------|------|------|--------|------|--------|------|--------|
| 70:30 5% | 1.05 | 1.03 | 1.90 | 1.02 | 2.86 | 1.01 | 3.81 |
| 80:20 5% | 1.1 | 1.09 | 0.91 | 1.08 | 1.82 | 1.07 | 2.73 |
| 90:10 5% | 1.59 | 1.57 | 1.26 | 1.56 | 1.89 | 1.55 | 2.52 |

3. Dimensi Material Uji *Weight Loss*

| variasi | 7 | | | 14 | | | 21 | | |
|----------|-----|------|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | p | l | t | p | l | t | p | l | t |
| 80:20 0% | 1.7 | 1.25 | 0.6 | 1.65 | 1.2 | 0.6 | 1.5 | 1.1 | 0.5 |
| 80:20 1% | 1.9 | 1.4 | 0.7 | 1.8 | 1.2 | 0.6 | 1.7 | 1.1 | 0.5 |
| 80:20 3% | 1.9 | 1.6 | 0.8 | 1.7 | 1.4 | 0.6 | 1.6 | 1.4 | 0.5 |
| 80:20 5% | 1.5 | 1.3 | 0.8 | 1.4 | 1.2 | 0.7 | 1.4 | 1.1 | 0.6 |
| 70:30 5% | 1.8 | 1.6 | 0.9 | 1.6 | 1.4 | 0.7 | 1.5 | 1.3 | 0.6 |
| 90:10 5% | 2.3 | 2.3 | 0.9 | 2 | 2 | 0.7 | 1.9 | 1.8 | 0.6 |

4. Nilai Laju Degradasi (mppy) untuk Variasi Penambahan APTES

| Sampel | H-0 | H-7 | W | A | deg. Rate | H-14 | W | A | deg. Rate | H-21 | W | A | deg. Rate |
|----------|------|------|------|-------|-----------|------|------|------|-----------|------|------|------|-----------|
| 80:20 0% | 1.1 | 1.08 | 0.02 | 3.895 | 2.40 | 1.06 | 0.04 | 3.69 | 2.54 | 1.05 | 0.05 | 2.95 | 2.64 |
| 80:20 1% | 1.15 | 1.13 | 0.02 | 4.97 | 1.88 | 1.12 | 0.03 | 3.96 | 1.77 | 1.1 | 0.05 | 3.27 | 2.39 |
| 80:20 3% | 1.29 | 1.27 | 0.02 | 5.84 | 1.60 | 1.26 | 0.03 | 4.24 | 1.66 | 1.24 | 0.05 | 3.74 | 2.09 |
| 80:20 5% | 1.1 | 1.09 | 0.01 | 4.19 | 1.12 | 1.08 | 0.02 | 3.5 | 1.34 | 1.07 | 0.03 | 3.04 | 1.54 |

5. Nilai Laju Degradasi (mppy) untuk Variasi Perbandingan Komposisi PLLA:nHAP

| Sampel | H-0 | H-7 | W | A | deg. Rate | H-14 | W | A | deg. Rate | H-21 | W | A | deg. Rate |
|----------|------|------|------|------|-----------|------|------|------|-----------|------|------|------|-----------|
| 70:30 5% | 1.05 | 1.03 | 0.02 | 5.94 | 1.58 | 1.02 | 0.03 | 4.34 | 1.62 | 1.01 | 0.04 | 3.63 | 1.72 |
| 80:20 5% | 1.1 | 1.09 | 0.01 | 4.19 | 1.12 | 1.08 | 0.02 | 3.5 | 1.34 | 1.07 | 0.03 | 3.04 | 1.54 |
| 90:10 5% | 1.59 | 1.57 | 0.02 | 9.43 | 0.99 | 1.56 | 0.03 | 6.8 | 1.03 | 1.55 | 0.04 | 5.64 | 1.11 |

Lampiran 5 : MSDS

SAFETY DATA SHEET



Create Date: 2017-03-09 00:00:00/ Revision Date: 2017-08-01 00:00:00/ Print Date: 2019-11-22

SECTION 1: COMPANY AND PRODUCT INFORMATION

1.1 Product identifiers

Product name : Hydroxyapatite -
 Product code : 40800054
 CAS number : 12167-74-7
 Synonyms : HAp; Calcium hydroxyphosphate; Hydroxylapatite

1.2 Relevant identified uses of the substance or mixture and uses advised against

Identified uses : Laboratory chemicals, manufacture of substances

1.3 Details of the supplier of the safety data sheet

Address : Genelinx International Inc, dba bioWORLD
 4150 Tuller Rd. Suite 228
 Dublin, OH 43017

Email : tech@bio-world.com
 Phone : 614-792-8680, Toll free: 1-888-bio-PLUS
 Fax : 614-792-8685

1.4 Emergency telephone number

Emergency phone : 1-888-bio-PLUS

SECTION 2: HAZARDS IDENTIFICATION

2.1 Classification of substance or mixture

Substance/mixture is not classified as hazardous.

2.2 GHS Classification in accordance with 29 CFR 1910 (OSHA HCS)

Not classified as hazardous under the GHS.

2.3 Label elements and precautionary statements

Pictogram : 

Signal word : Warning
 Hazard statement(s) : Not available
 Precautionary statement(s) : No applicable precautionary statements.

2.4 Hazards not otherwise classified (HNOC) or not covered by GHS

No unclassified hazards known.

2.5 NFPA Rating

Health hazard : 0

| | |
|------------------------|-----|
| Fire hazard | : 0 |
| Reactivity hazard | : 0 |
| 2.6 HMIS Rating | |
| Health hazard | : 0 |
| Chronic health hazard | : 0 |
| Reactivity hazard | : 0 |
| Flammability | : 0 |
| Physical hazard | : 0 |

SECTION 3: COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

3.1 Substances

| Substance | CAS# | EC# | Concentration |
|--|------------|-----------|---------------|
| Pentacalcium hydroxide tris(orthophosphate) M.F: $\text{HCa}_5\text{O}_{13}\text{P}_3$ M.W: 502.31 g/mol | 12167-74-7 | 235-330-6 | <=100% |

3.2 Hazardous components & classification

Not available

SECTION 4: FIRST AID MEASURES

4.1 Description of first aid measures

General advice

Consult a physician. Show this safety data sheet to the doctor in attendance.

In case of inhalation

If inhaled, move person to fresh air and monitor breathing. If not breathing, give artificial ventilation. Consult a physician if symptoms are severe or persistent.

In case of skin contact

Immediately wash with excess soap and water. If spilled on clothing, remove all affected clothing. Consult a physician if symptoms are severe or persistent.

In case of eye contact

Flush eyes with water or eye wash solution as a precaution for 15 minutes. Consult a physician if symptoms are severe or persistent.

In case of ingestion

Only induce vomiting if recommended by medical personnel. If subject is unconscious, do not give anything by mouth. If conscious, rinse mouth with water. Consult a physician if symptoms are severe or persistent.

4.2 Most important symptoms and effects, both acute and delayed

All known important symptoms are described in Section 2 and/or Section 11. No other important symptoms to report.

4.3 Indication of any immediate medical attention and special treatment needed

No special treatment indicated. Provide treatment in accordance with exhibited systems.

SECTION 5: FIREFIGHTING MEASURES

- 5.1 **Suitable extinguishing media**
Water spray, alcohol-resistant foam, dry chemical, and carbon dioxide are suitable
- 5.2 **Unsuitable extinguishing media**
Not available
- 5.3 **Special hazards arising from the substance**
Oxides of phosphorus, Calcium oxide
- 5.4 **Advice for firefighters**
Wear self contained breathing apparatus for fire fighting if necessary.

SECTION 6: ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

- 6.1 **Personal precautions, protective equipment and emergency procedures**
Use personal protective equipment. Avoid dust formation. Avoid breathing vapors, mist or gas.
Avoid breathing dust.
For personal protection see section 8
- 6.2 **Environmental precautions**
Prevent product from entering public sewers and waterways.
- 6.3 **Methods and material for containment and cleaning up**
Use inert absorbent material to absorb any spilled or leaked product. Keep in suitable, closed containers for disposal.
For proper disposal see section 13

SECTION 7: HANDLING AND STORAGE

- 7.1 **Precautions for safe handling**
Avoid contact with skin and eyes. Avoid formation of dust and aerosols. Provide appropriate exhaust ventilation at places where dust is formed. Normal measures for preventive fire protection.
For precautions see section 2
- 7.2 **Conditions for safe storage, including any incompatibilities**
Storage conditions : Store in cool, well ventilated area. Keep container tightly closed. Light Sensitive. Product is hygroscopic. Take precautions to avoid contact with atmospheric moisture. Store under Argon. Store at -20 °C
- Incompatible materials : Not available

SECTION 8: EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

- 8.1 **Control parameters**
Contains no substances with occupational exposure limit values.
- 8.2 **Engineering controls**
Handle in accordance with good industrial hygiene and safety practice. Wash hands before breaks and at the end of workday.
- 8.3 **Personal protective equipment**

(halaman ini sengaja dikosongkan)

UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam mengerjakan laporan tugas akhir (TA) ini, penulis juga mendapatkan dukungan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung dan membantu, diantaranya:

1. Ibu dan ayah yang selalu mendukung saya dalam menyelesaikan kuliah saya dan selalu memberikan apapun yang saya butuhkan saat kuliah.
2. Ibu dan ayah yang selalu mendukung, memberikan dorongan dan doa agar saya dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan lancar dan selalu dimudahkan.
3. Pak Agung Purniawan dan Bu Amaliya Rasyida selaku dosen pembimbing yang selalu memberikan bimbingan dan membantu dalam memecahkan masalah selama penulis menyelesaikan tugas akhir ini.
4. Mas Ridha dan Mas Roni yang selalu menemani dan membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian tugas akhir.
5. Dynatech Internasional PT, Jakarta yang membantu dalam proses pengujian SEM-EDX.
6. Silvia selaku *partner* Tugas Akhir yang selalu membantu dalam keadaan apapun sampai akhirnya laporan ini dibuat.
7. Fergi, Feby, Afa, Vindi, Farah yang menemani penulis dari awal perkuliahan hingga saat ini dan yang selalu menemani dikondisi apapun.
8. Grup “kewer-kewer” yang menemani penulis selama mengerjakan Tugas Akhir di Laboratorium Inovasi Material.
9. Dindra dan Rifki Arga yang membantu kelancaran penulis dalam Menyusun laporan.
10. Keluarga MT20 yang menjadi *support system* penulis dan memberikan warna ketika berkuliah.

-
11. Angkatan MT19, MT21, dan MT22 yang memberikan kesan selama penulis berkuliah.
 12. Dagri Serasi dan Kontribusi HMMT FTI ITS yang menjadi tempat untuk pengembangan *softskill* selama berkuliah di Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.
 13. Semua pihak yang telah membantu penulis yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bermanfaat untuk pengembangan penelitian lebih lanjut.

BIODATA



Penulis bernama Okta Nirmala Putri lahir di Malang pada 29 Oktober 1999. Penulis merupakan anak pertama dari pasangan Moh. Kusen dan Suci Indriana. Penulis menempuh pendidikan sekolah dasar di SDN Wandanpuro II, kemudian melanjutkan pendidikan di SMPN 8 Malang, dan selanjutnya menempuh pendidikan menengah atas di SMAN 5 Malang. Penulis melanjutkan pendidikan sarjana dan berkuliah di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Selama kuliah, penulis aktif dalam kegiatan organisasi dan menjadi bagian dari pengurus Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi (HMMT) FTI-ITS yaitu pada Departemen Dalam Negeri. Penulis juga pernah melaksanakan Kerja Praktik di PT. Pupuk Sriwidjadja Palembang pada tahun 2021 pada divisi inspeksi teknik. Penulis dapat dikontak melalui email: oktanirmala12@gmail.com

