

COATING SCAFFOLD HIDROKSIAPATIT DENGAN KITOSAN MENGGUNAKAN METODE DIP – COATING

Arosyidin¹, Ahmad Fadli², Edy Saputra²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia
Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
arosyidin354@gmail.com

ABSTRACT

Bone implants are a tissue replacement technique using synthetic materials that are compatible with body tissues. Materials that can be used as a bone implant one of them is hydroxyapatite scaffold (HA). However, most of the HA scaffolds still have one of the strongest compression values. To increase the compressive strength of the scaffold it must be coated with other polymers. One of the polymers that is biodegradable with the body is chitosan. HA scaffold coating method using dip - coating method by dissolving chitosan powder into acetic acid concentration 0,50%; 0.75% and 1.00% (w / v). Next, scaffold HA in coating with chitosan solution for 30, 45, 60 minutes. After coating, HA scaffold is dried at room temperature for 24 hours. The increase of chitosan concentration 0,50% to 0,75% can decrease the porosity that is 78% to 76% and pore size from 28,25 μm become 22,88 μm . Furthermore, the longer coating time required 30 minutes and 60 minutes then the greater the compressive strength of HA scaffold produced is 1.43 MPa to 4.05 MPa. The optimum condition of the operation is 0.75% chitosan concentration and 60 minutes coating time with a compressive strength value of 4.05 MPa.

Keywords: chitosan, coating, compressive strength, hydroxyapatite, scaffold

1. Pendahuluan

Hidroksiapatit (HA) telah digunakan sebagai *biocompatible* dan pengganti *osteocoductive* dalam bidang bedah *orthopedic* [Uchida dkk, 1990].

Hidroksiapatit $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$ merupakan salah satu dari keramik *biocompatible* karena kemiripan fisika dan kimianya dengan mineral yang terkandung di dalam tulang dan gigi manusia.

Implan tulang adalah penggantian jaringan tubuh dengan menggunakan material sintetik yang kompatibel dengan jaringan tubuh [Kuo dkk, 2007]. Campuran HA dengan polimer organik

dapat membandingi sifat fisik dari HA sehingga menjadi lebih keras dan tidak mudah rapuh [Taguchi dkk, 1999]. Salah satu polimer organik yang dapat di campurkan dengan HA adalah kitosan.

Kitosan adalah salah satu produk *n*-deasetilasi dari kitin. Kitosan mengandung *glukosamin* dan *n*-asetilglukosamin unit rantai panjang 1-4 *glycosidic*. Produk kitosan komersil, biasanya mengandung asetil 5-30% karena tidak sempurnanya *n*-deasetilasi kitin. Fungsi utama dari kitosan adalah sebagai *biodegradability* [Onishi dkk, 1999], tetapi dia juga baik di gunakan

sebagai larutan asam organik dan resistensi dalam lingkungan alkali.

Campuran HA dan kitosan di harapkan dapat menghasilkan penambahan *osteocunductivity* dan *biodegradation* dengan kekuatan mekanik yang cukup untuk kegunaan *orthopedic*. Metode pencampuran HA dan kitosan umumnya adalah metode komposit seperti pencampuran bubuk HA dan *slurry* kitosan [Ito dkk, 1994], selain metode komposit terdapat juga metode *coating* antara padatan HA yang telah di *sinterring* dengan larutan kitosan [Costa dkk, 2006]

Selanjutnya, penelitian ini di fokuskan pada pembuatan *scaffold* berpori dan *coating scaffold* berpori menggunakan larutan kitosan dengan metode *dip-coating* sehingga di hasilkan *scaffold* berpori yang kekuatan tekannya melebihi *scaffold* tanpa *coating*, uji analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dari produk *scaffold* berpori yang telah di *coating*

2. Metode Penelitian

2.1 Bahan Baku

Bahan baku yang di gunakan pada penelitian ini adalah bubuk hidroksiapatit, kuning telur yang telah di isolasi dari telur ayam lokal (*yolk*), tepung sagu (*starch*), Darvan 821 A (R.T. Vanderbilt, USA), minyak goreng, kitosan (Sigma Aldrich) dengan derajat deasetilasi 77% dan viskositas 92 cps, asam asetat, aquades dan kertas saring. Kuning telur berfungsi sebagai pembentuk pori, *starch* sebagai *binder* dan Darvan 821A sebagai dispersan, sedangkan minyak goreng di gunakan sebagai pelumas untuk mempermudah pelepasan sampel dari *mold* [Fadli & Sopyan, 2009].

2.2 Peralatan yang digunakan

Alat utama yang di gunakan dalam penelitian ini adalah *furnace*. *Furnace* berfungsi sebagai tempat terjadinya *burning* dan *sintering*. Peralatan penunjang yang di pakai meliputi oven, *stirrer*, *stainless steel mold*, jangka sorong, mistar dan *magnetic stirrer*.

2.3 Prosedur Penelitian

2.3.1 Pembuatan Scaffold HA

Penelitian ini di mulai dengan persiapan *slurry*. *Slurry* di siapkan dengan mencampur bubuk 24 gr HA, 3 gr *starch*, 8 gr Darvan 821A dan 28 gr kuning telur di gelas kimia. *Slurry* di aduk menggunakan *stirrer* pada kecepatan 200 rpm, selama 3 jam. Kemudian campuran tersebut di masukkan ke dalam cetakan dan di panaskan dalam oven dengan suhu 180°C selama 1 jam untuk proses *foaming* dan *consolidation*. Sebelum *slurry* di masukkan ke dalam cetakan, cetakan dilumasi dengan minyak goreng untuk mempermudah proses pelepasan dari *mold* serta mendapatkan kualitas permukaan sampel yang bagus. Sampel di lepas dari cetakan dan di *sintering* pada temperatur 600°C (laju pemanasan 10°C/menit) selama 2 jam untuk menghilangkan *yolk* sehingga terbentuk pori di dalam *green bodies* dan di akhiri dengan kalsinasi (laju pemanasan 2°C/menit) pada suhu 1200°C selama 2 jam.

2.3.2 Coating Scaffold HA

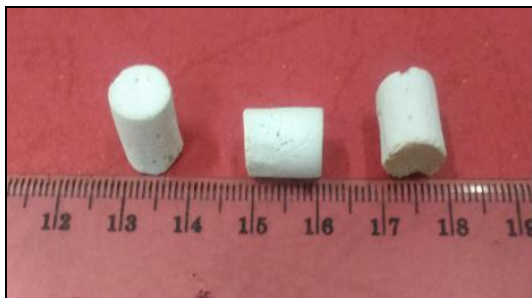
Metode yang di gunakan yaitu metode *dip-coating* dengan konsentrasi kitosan 0,50%, 0,75%, 1,00% b/v dan lama waktu *coating* kitosan 30, 45, 60 menit Selanjutnya *scaffold* hasil *coating* di

keringkan dalam suhu ruang selama 24 jam

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Porous Bodies Properties

Cara untuk menambah kuat tekan dari *scaffold* hidroksiapatit adalah melapisi *scaffold* tersebut dengan polimer lain yaitu kitosan melalui metode *Dip-coating*. Gambar 1 sampel setelah di *sintering* (*sinterred bodies*) pada suhu 1200°C dan setelah di lakukan *coating*. Perubahan *scaffold* terlihat pada warna dan volumenya, warna *scaffold* HA setelah *sintering* dan *coating* yaitu berwarna putih kehijauan. Volume *scaffold* HA setelah *sintering* mengalami penyusutan.



Gambar 1 Bentuk Scaffold HA

3.2 Densitas dan Porositas

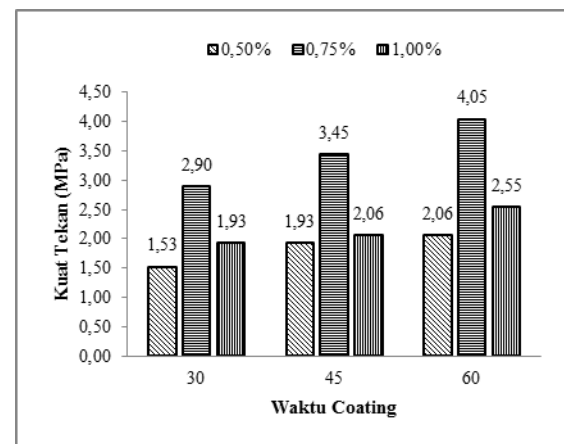
Densitas *scaffold* berada pada rentang 0,52 – 0,78 gr/cm³. Densitas *scaffold* sebelum *coating* berkisar antara 0,70 – 0,71 gram/cm³ dan setelah di lakukan *coating* dengan kitosan dengan konsentrasi 0,50; 0,75; 1,00% (b/v) densitas dari *scaffold* mengalami kenaikan yaitu berkisar antara 0,71 – 0,75 gram/cm³. Sedangkan Semakin lama waktu *coating* yang di lakukan maka sesemakin besar densitas yang di dihasilkan yaitu berkisar antara 0,73 – 0,78 gram/cm³. Hal ini di sebabkan semakin besar konsentrasi dan lama waktu *coating* terhadap *scaffold* membuat semakin banyak partikel kitosan

yang mengisi dan melapisi pori – pori serta permukaan dari *scaffold* [Costa, 2006].

Scaffold HA sebelum *coating* memiliki tingkat porositas 78 %. Variabel konsentrasi kitosan dan lama waktu *coating* mempengaruhi porositas *scaffold*. Pada variabel konsentrasi kitosan, porositas yang di dihasilkan antara 76-77% dan porositas yang di dihasilkan dari variabel lama waktu *coating* berkisar antara 75 – 77 %. Penurunan porositas ini berhubungan dengan pori dari *scaffold* HA yang di isi oleh lapisan kitosan, sehingga semakin banyak lapisan kitosan yang melapisi *scaffold* HA membuat porositasnya menjadi menurun.

3.3 Kuat Tekan Scaffold HA

Kuat tekan atau kekuatan kompresi adalah kapasitas bahan untuk menahan beban hingga pecah (*fracture*) pada batas kuat tekannya. Kuat tekan juga dapat diartikan sebagai batas maksimum bahan dapat mempertahankan bentuknya jika diberikan tekanan



Gambar 2. Kuat Tekan Scaffold Hidroksiapatit Hasil Coating

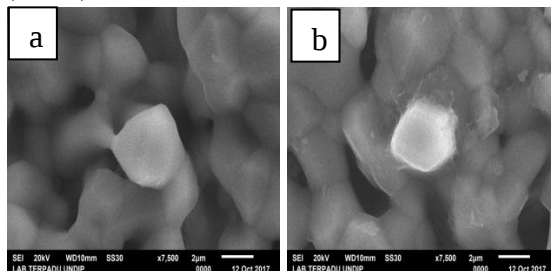
Scaffold HA tanpa *coating* memiliki nilai kuat tekan sebesar 1,43 MPa. Gambar 2 dapat memperlihatkan bahwa

kuat tekan *scaffold* mengalami fluktuasi. Pada *coating* kitosan dengan konsentrasi 0,50% mengalami kenaikan nilai kuat tekan seiring lamanya waktu *coating* yaitu pada waktu 30, 45 dan 60 menit nilai kuat tekannya sebesar 1,52; 1,93 dan 2,06 MPa.

Selanjutnya pada konsentrasi kitosan 0,75% juga mengalami kenaikan seiring lamanya waktu *coating* yaitu 2,91; 3;45 dan 4,05 MPa. Pada konsentrasi kitosan 1 % juga mengalami kenaikan, akan tetapi kuat tekan rata-rata *scaffold* HA berada di bawah kuat tekan rata-rata konsentrasi kitosan 0,75% yaitu 1,93; 2,06 dan 2,55 MPa hal ini disebabkan oleh densitas dari larutan kitosan yang semakin besar yaitu 1,098 gr/ml sehingga banyaknya lapisan kitosan yang melapisi pori *scaffold* hidroksiapatit menjadi semakin tipis.

3.4 Morfologi Scaffold HA

Analisa yang di gunakan untuk memperlihatkan morfologi dari *scaffold* HA adalah *Scanning Electron Microscopy* (SEM).



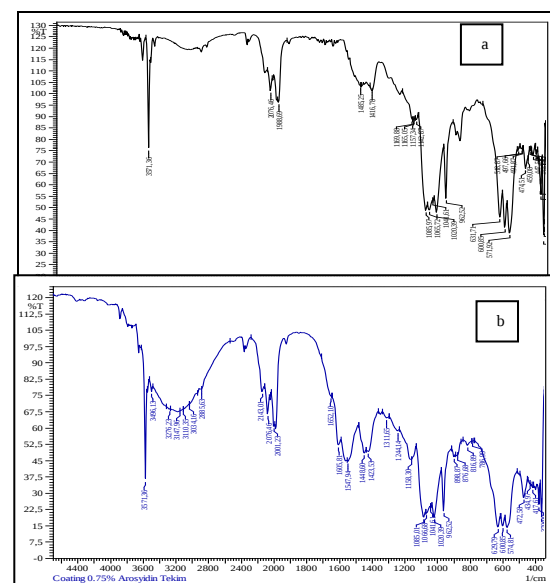
Gambar 3. Analisa SEM *Scaffold* HA Hasil *Coating* Kitosan 0,75% (a) 30 menit dan (b) 60 menit.

Berdasarkan gambar 3 a dan b memperlihatkan lapisan kitosan pada partikel *scaffold* HA. Lapisan kitosan yang terbentuk merata dan tebal. Selain itu, *grain size* pada *scaffold* HA mulai tidak terlihat, ini menandakan lapisan kitosan

telah melapisi keseluruhan bagian *scaffold*, sehingga kuat tekan *scaffold* bisa mencapai titik maksimumnya.

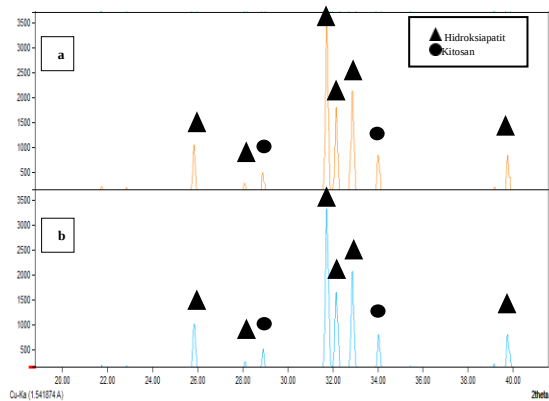
3.5 Komposisi Kimia Scaffold HA

Analisa yang di gunakan yaitu analisa FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*) dan analisa XRD (*X – Ray Diffraction*).



Gambar 4 Analisa FTIR *Scaffold* HA (a) Tanpa *Coating* dan (b) *Coating* 0,75%

Gambar 4 (a) merupakan hasil analisa *scaffold* HA sebelum di *coating*, terlihat gugus fungsi dari HA yaitu pada panjang gelombang $3571,36\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi *alcohol* OH *stretching* dan panjang gelombang $1100 - 400\text{ cm}^{-1}$ terdapat gugus fungsi PO_4 . Gambar 4 (b) adalah hasil analisa FTIR dari *scaffold* hasil *coating* dengan kitosan, dari gambar terlihat gugus fungsi *primary amide* NH_2 *symmetric stretching* dengan panjang gelombang $3190 - 3170\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 5. Hasil Analisa XRD *Scaffold* HA Hasil *Coating* dengan Kitosan (a) 0,75% 30 menit, (b) 0,75% 60 menit

Puncak kitosan yang di dapat dari gambar 5 (a) dengan sudut 2θ yaitu 29.3467° dan 34.0105° . Gambar 5 (b) memperlihatkan puncak kitosan yaitu 29.3623° dan 34.0162° . Hal ini menandakan adanya kandungan kitosan didalam *scaffold* HA hasil *coating*.

4. Kesimpulan

Waktu *coating* dan konsentrasi kitosan mempengaruhi kuat tekan, derajat porositas serta ukuran pori dari *scaffold* HA. Semakin lama waktu *coating* yang dibutuhkan maka semakin besar kuat tekan *scaffold* yang dihasilkan yaitu dari 1,43 MPa menjadi 4,03 MPa. Semakin besar konsentrasi kitosan yang di gunakan maka semakin kecil nilai porositas yaitu 78% menjadi 75 – 77% dan ukuran pori dari $28,25\ \mu\text{m}$ menjadi $22,8 - 26,61\ \mu\text{m}$.

Karakteristik *scaffold* HA yang di hasilkan memenuhi standar dari tulang manusia dengan nilai kuat tekan 1,52 – 4,05 MPa, porositas 75 – 77 %, ukuran pori $22,8 - 26,61\ \mu\text{m}$ dan densitas $0,71 - 0,78\ \text{gram/cm}^3$.

Daftar Pustaka

- Carter, D. R., & Hayes, W. C. 1977. The compressive behavior of bone as a two-phase porous structure. *Journal of Bone and Joint Surgery*. 59 : 954-962.
- Costa, H. S., Mansu, A. A. P., Pereira, M. M., & Mansu, H. S. 2006. Morphological, mechanical and biocompatibility characterization of macroporous alumina scaffold coated with calsioum phosphate/PVA. *Journal of Material Science*. 43, 510-524.
- Emadi, R., Tavanga, F., Iman, S. R. E., Sheikhhosseini, A., & Kharaziha, M. 2010. Nanostructured forsterite coating strengthens porous hydroxyapatite for bone tissue engineering. *Journal of The American Ceramic Society*. 93, 2679–2683.
- Fadli, A., & Sopyan, I. 2009. Preparation of porous alumina for biomedical applications through protein foaming-consolidation method. *Material Research Inovation*. 13, 327-329.
- Hench, L. L., & Wilson, J. 1993. An introduction to bioceramics. World Scientific. Singapore.
- Ito, M., Niuro, T., Yokoyama, K., Nakayama, Y., & Yamagishi, T. 1994. Relation between mechanical properties of chitosan film and content of hydroxyapatite. *Journal of Japanese Society for Dental Materials and Devices*. 3, 351-357.

- Kuo, T. C., Lee B. S., Kang, S. H., Lin, F. H. & Lin, C. P. 2007. Cytotoxicity of DP-bioglass paste used for treatment of dentin hypersensitivity. *Journal of Endodontics*. 33, 451-454.
- Onishi, H., Kushitani, S., Yasukawa, E., Iwaki, H., Hench, L. L., Wilson, J., Tsuji, E. & Sugihara, T. 1997. Particulate bioglass compared with hydroxyapatite as a bone graft substitute. *Clinical Orthopaedics and Related Research*. 334, 316-325.
- Taguchi, T., Kishida, A., & Akashi, M. 1999. Apatite formation on/in hydrogel matrices using an alternate soaking process. II. Effect of swelling ration of poly (vinyl alcohol) hydrogel matrices on apatite formation. *Journal of Biomaterials Science Polymer*. 10, 331-339.
- Tamayo, J., Díaz, R., Lazcano-Ponce, E., Muñoz, M., Huitrón, G., Halley, E., Díaz-Montiel, J. C., Mudgal, J., Hernández-Ávila, M., & Salmerón, J. 2009. Reference values for areal bone mineral density among a healthy Mexican population. *Salud Pública de México*. 51, 56 - 83.
- Uchida, A., Araki, N., Shinto, Y., Yoshikawa, H., Ono, K., & Kurisake, E. 1990. The use of calcium hydroxyapatite ceramic in bone tumor surgery. *Journal of Bone Joint Surgery*. 72-B, 298-302.