

**ANALISIS SIFAT MEKANIK BIOKERAMIK HIDROKSIAPATIT
CANGKANG KERANG *ANADARA GRANOSA* DENGAN PENAMBAHAN
POLIVINIL ALKOHOL DAN KITOSAN**

**NUR SAFITRI
H032221011**



**PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

**MECHANICAL PROPERTIES ANALYSIS OF HYDROXYAPATITE
BIOCERAMIC ANADARA GRANOSA CLAM SHELLS WITH POLYVINYL
ALCOHOL AND CHITOSAN ADDITION**

**NUR SAFITRI
H032221011**



**STUDY PROGRAM MAGISTER PHYSICS
PHYSICS DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

**ANALISIS SIFAT MEKANIK BIOKERAMIK HIDROKSIAPATIT
CANGKANG KERANG *ANADARA GRANOSA* DENGAN PENAMBAHAN
POLIVINIL ALKOHOL DAN KITOSAN**

T E S I S

*Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat
Untuk Mencapai Gelar Magister Sains
Program Studi Magister Fisika Departemen Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin*

**NUR SAFITRI
H032221011**

Kepada

**PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

LEMBAR PENGESAHAN TESIS**ANALISIS SIFAT FISIS DAN MEKANIK BIOKERAMIK HIDROKSIAPATIT
CANGKANG KERANG *ANADARA GRANOSA* DENGAN PENAMBAHAN
POLIVINIL ALKOHOL DAN KITOSAN**

Disusun dan diajukan oleh

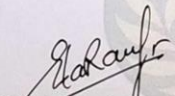
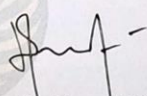
NUR SAFITRI**H032221011**

Telah Dipertahankan di Hadapan Panitia Ujian yang Dibentuk Dalam Rangka Penyelesaian
Studi Program Magister Program Studi Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu
Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin
Pada Tahun 2024
Dan Dinyatakan Telah Memenuhi Syarat Kelulusan

Menyetujui

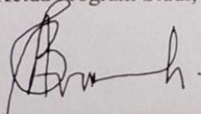
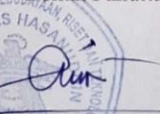
Penasehat Utama,

Penasehat Pendamping,


Prof. Dr. Nurlaela Rauf, M.Sc
NIP. 19750907 200003 1 006
Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si
NIP. 19630830 18903 2 001

Ketua Program Studi,

Dekan Fakultas,


Prof. Dr. Ir. Bidayatul Armynah, M.T.
NIP. 19630830 18903 2 001
Dr. Eng. Amiruddin, M.Si.
NIP. 19720515 199702 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS DAN PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa, tesis berjudul "Analisis Sifat Mekanik Biokeramik Hidroksiapatit Cangkang Kerang *Anadara Granosa* dengan Penambahan Polivinil Alkohol dan Kitosan" adalah benar karya saya dengan arahan dari tim pembimbing Prof. Dr. Nurlaela Rauf, M. Sc dan Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si. Karya ilmiah ini belum diajukan dan tidak sedang diajukan dalam bentuk apapun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka tesis ini. Sebagian dari isi tesis ini akan dipublikasikan sebagai artikel. Apabila kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan tesis ini adalah karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut berdasarkan aturan yang berlaku.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta (hak ekonomis) dari karya tulis saya berupa tesis ini kepada Universitas Hasanuddin.

Makassar,
Yang Menyatakan,



Nur Safitri

UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah rabbil a'lamin, Segala puji dan syukur kepada Allah SWT yang telah senantiasa melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dengan segenap kemampuannya dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "Analisis Sifat Fisis dan Mekanik Biokeramik Hidroksiapatit Cangkang Kerang *Anadara Granosa* dengan Penambahan Polivinil Alkohol dan Kitosan)". Tidak lupa pula shalawat dan salam senantiasa tercurahkan kepada jungjungan Nabi Muhammad saw dan kepada keluarga, para sahabat dan seluruh ummatnya yang senantiasa istiqamah sampai akhir zaman.

Penelitian yang saya lakukan dapat terlaksana dengan sukses sehingga tesis ini dapat terampungkan dan selesai atas bimbingan, diskusi dan arahan Prof. Dr. Nurlaela Rauf, M. Sc sebagai pembimbing utama, dan Prof. Dr. Dahlang Tahir, M.Si sebagai pembimbing pertama. Saya mengucapkan berlimpah terima kasih kepada mereka. Terima kasih juga kepada Bapak dan Ibu penguji, Prof. Dr. Paulus Lobo Gareso, M. Sc, Prof. Dr. Tasrief Surungan, M. Sc, dan Prof. Dr. Ir. Bidayatul Armynah, M. T yang senantiasa memberikan masukan, kritikan, dan motivasi dalam perbaikan dan penyusunan tesis ini. Penghargaan yang tinggi juga saya sampaikan kepada Prof. Dr. Dahlang Tahir, M. Si atas kesempatan untuk menggunakan fasilitas dan peralatan di Laboratorium Fisika Material.

Terima kasih tak terhingga saya persembahkan kepada kedua orang tua tercinta Ibu Rosmiati dan saya Bapak Hasanuddin sebagai motivator utama atas do'a, dukungan, bimbingan dan kerja keras serta segala hal hingga penulis sampai pada titik sekarang ini. Penghargaan yang besar juga saya sampaikan kepada saudara dan saudari saya Jusmawandi, Andi Childa Asean dan Muhammad Febrianto atas motivasi dan dukungan yang tak ternilai.

Terima kasih juga saya ucapkan kepada bapak/ibu staf Departemen Fisika dan lingkungan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin yang selalu siap dan sabar dalam melayani pengurusan berkas akademik penulis. Terima kasih kepada Bapak Heriyanto, S. Si, M. Si dan Ardiansyah yang telah membantu dalam memberi arahan dan pengujian sampel.

Tidak lupa pula terima kasih saya ucapkan kepada kak Inayatul Mutmainnah, kak Muftihatur Rahmi Tahir, dan kak Fitriah Mujtahid yang banyak memberikan bantuan, arahan, dan motivasi serta kepada teman-teman S2 Fisika Angkatan 2022 dan terkhusus teman-teman material S2 Andi Tessiwoja Tenri Ola, Febrianti, Andi Uswatun Hasanah, Nurul Fajri R Tang, Nurvadillah Angraini, Yusnita Sari, Ardiansyah, dan Kak Fahrul Bakri yang banyak memberikan bantuan, masukan,

kritik, saran, dan support. Juga kepada adik-adik Syarif, Azlan, Syahrul, dan Nasroh atas bantuan dan dukungannya. Serta untuk semua orang yang tidak dapat lagi disebutkan satu persatu namanya yang telah banyak membantu, memberi dukungan, dan telah berjasa selama ini.

Penulis,

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Nur Safitri', with a stylized flourish at the end.

Nur Safitri

ABSTRAK

NUR SAFITRI. **Analisis Sifat Fisis dan Mekanik Biokeramik Hidroksiapatit Cangkang Kerang *Anadara Granosa* dengan Penambahan Polivinil Alkohol dan Kitosan** (dibimbing oleh arahan Prof. Dr. Nurlaela Rauf, M. Sc dan Prof. Dr. Dahlang Tahir. M. Si).

Latar belakang. Biokomposit berbasis hidroksiapatit, kitosan, dan polivinil alkohol (PVA) memiliki potensi besar untuk aplikasi biomedis, terutama dalam bidang rekayasa jaringan dan implan tulang. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh variasi kandungan hidroksiapatit terhadap sifat fisis dan mekanik biokomposit, khususnya densitas, porositas, dan kekerasan. **Metode.** Hidroksiapatit disintesis dari CaO yang berasal dari cangkang kerang *Anadara granosa* dengan metode presipitasi. **Hasil.** Hasil karakterisasi XRF menunjukkan rasio Ca/P dari hidroksiapatit yang disintesis yaitu 1.61. Metode penelitian melibatkan pembuatan biokomposit dengan komposisi hidroksiapatit yang berbeda, yaitu 20%, 30%, 40% dan 50%. Setiap sampel kemudian diuji untuk mengetahui nilai densitas dan porositas, serta pengujian kekerasan untuk 3 sampel dengan porositas terendah. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan peningkatan kandungan hidroksiapatit 20-40%, densitas biokomposit meningkat secara signifikan dari $1,89 \text{ g cm}^{-3}$ menjadi $3,12 \text{ g cm}^{-3}$. Kemudian menurun pada penambahan 50% hidroksiapatit menjadi $1,22 \text{ g cm}^{-3}$. Porositas pada penambahan konsentrasi hidroksiapatit yang pertama dan mengalami penurunan menjadi 3,29%, namun meningkat pada penambahan yang ketiga dan keempat dan memperoleh persentase porositas tertinggi 16,33%. Nilai kekerasan tertinggi diperoleh pada porositas terendah pada penambahan 30% hidroksiapatit sebesar 9,85 MPa. Penelitian ini menyimpulkan bahwa penambahan hidroksiapatit dalam biokomposit kitosan-PVA meningkatkan densitas dan kekerasan, tetapi juga meningkatkan porositas pada tingkat penambahan tertentu. **Kesimpulan.** Ini penting untuk desain dan aplikasi material biokomposit dalam bidang medis, di mana keseimbangan antara kekuatan mekanik dan struktur pori yang optimal sangat krusial untuk keberhasilan implan tulang dan rekayasa jaringan.

Kata kunci: Biomaterial, Hidroksiapatit, *Anadara Granosa*, Kitosan, Polivinil Alkohol (PVA), Rasio Ca/P, Presipitasi

ABSTRACT

NUR SAFITRI. **Mechanical properties analysis of hydroxyapatite bioceramic anadara granosa clam shells with polyvinyl alcohol and chitosan addition** (supervised by Prof. Dr. Nurlaela Rauf, M. Sc and Prof. Dr. Dahlang Tahir, M. Si).

Background. Hydroxyapatite, chitosan, and polyvinyl alcohol (PVA)-based biocomposites have great potential for biomedical applications, especially in the field of tissue engineering and bone implants. This study aims to examine the effect of varying hydroxyapatite content on the physical and mechanical properties of biocomposites, particularly density, porosity, and hardness. **Method.** Hydroxyapatite was synthesized from CaO derived from Anadara granosa clam shells by precipitation method. **Result.** XRF characterization results showed the Ca/P ratio of the synthesized hydroxyapatite was 1.61. The research method involved making biocomposites with different hydroxyapatite compositions, namely 20%, 30%, 40% and 50%. Each sample was then tested for density and porosity values, as well as hardness testing for the 3 samples with the lowest porosity. The results showed that with the increase of 20-40% hydroxyapatite content, the density of the biocomposite increased significantly from 1.89 g/cm³ to 3.12 g/cm³. It then decreased at the addition of 50% hydroxyapatite to 1.22 g/cm³. Porosity in the first addition of hydroxyapatite concentration and decreased, but increased in the third and fourth additions and obtained the highest porosity percentage of 16,33%. The highest hardness value was obtained at the lowest porosity at the addition of 30% hydroxyapatite at 9.85 MPa. This study concludes that the addition of hydroxyapatite in chitosan-PVA biocomposites increases density and hardness, but also increases porosity at a certain level of addition. This study concludes that the addition of hydroxyapatite in chitosan-PVA biocomposites increases density and hardness, but also increases porosity at a certain level of addition. **Conclusion.** This is important for the design and application of biocomposite materials in the medical field, where the balance between mechanical strength and optimal pore structure is crucial for the success of bone implants and tissue engineering.

Keywords: Biomaterials, Hydroxyapatite, Anadara Granosa, Chitosan, Polyvinyl Alcohol (PVA), Ca/P Ratio, Precipitation

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PENGESAHAN TESIS | iv |
| PERNYATAAN KEASLIAN TESIS DAN PELIMPAHAN HAK CIPTA | v |
| UCAPAN TERIMA KASIH | vi |
| ABSTRACT | ix |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiv |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| I. 1 Latar Belakang | 1 |
| I.2 Rumusan Masalah | 2 |
| I.3 Tujuan Penelitian | 2 |
| BAB II METODE PENELITIAN | 3 |
| II.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan | 3 |
| II.2 Alat dan Bahan | 3 |
| II.2.1 Alat | 3 |
| II.2.2 Bahan | 3 |
| II.3.1 Preparasi Material | 3 |
| II.4 Karakterisasi Material | 4 |
| II.5 Bagan Alir Penelitian | 6 |
| BAB III HASIL DAN PEMBAHASAN | 7 |
| III. 1 Karakterisasi Material Hidroksiapatit | 7 |
| III. 2 Uji Densitas | 8 |
| III. 3 Uji Porositas | 10 |
| III. 4 Uji Kekerasan | 12 |

| | |
|-----------------------------------|----|
| BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN | 14 |
| IV. 1 Kesimpulan..... | 14 |
| IV. 2 Saran..... | 14 |
| DAFTAR PUSTAKA | 15 |
| LAMPIRAN | 21 |

DAFTAR TABEL

Tabel 3. 1 Hasil karakterisasi XRF hidroksiapatit dengan suhu sintering 850°C.....7

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2. 1 Bagan Alir Penelitian | 6 |
| Gambar 3. 1 (a) Biokomposit PVA/kitosan/hidroksiapatit dan (b) Densitas PVA/CS/HA dengan penambahan konsentrasi HA yang berbeda..... | 9 |
| Gambar 3. 2 Porositas PVA/CS/HA dengan penambahan konsentrasi HA yang berbeda..... | 11 |
| Gambar 2. 1 Hasil uji kekerasan pada PVA/CS/HA dengan penambahan konsentrasi HA yang berbeda..... | 12 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|--|----|
| 1. Persiapan CaO dari cangkang kerang <i>Anadara granosa</i> | 21 |
| 2. Sintesis hidroksiapatit dengan metode persipitasi | 21 |
| 3. Pembuatan komposit hidroksiapatit/kitosan/PVA | 23 |
| 4. Analisis Hasil..... | 24 |
| 5. Karakterisasi XRF | 24 |
| 6. Uji Kekerasan..... | 26 |
| 7. Lampiran SK Pembimbing dan Penguji..... | 29 |

BAB I

PENDAHULUAN

I. 1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi dan riset yang semakin maju memberikan banyak manfaat dan inovasi baru yang sangat menunjang dalam berbagai bidang. Salah satunya adalah aplikasi material pada bidang kesehatan atau biasa dikenal dengan biomaterial. Biomaterial umumnya digunakan sebagai prostetik/implan dalam operasi gigi, ortopedi, kardiovaskular, oftalmologi dan bedah rekonstruksi, serta dalam bentuk lainnya berupa penghantar obat terkontrol, bioadhesif dan benang jahitan operasi (Ratner et al., 2020). Bertujuan untuk menggantikan dan memfasilitasi pertumbuhan jaringan yang rusak, biomaterial dirancang dan disintesis untuk mengatasi kesulitan dalam reproduksi jaringan (Liu et al., 2022). Mayoritas biomaterial dan perlengkapan medis terdiri dari bahan sintesis dari tiga kategori utama yaitu logam, biokeramik, dan polimer (Rohman, 2014).

Salah satu jenis biomaterial yang mendapatkan banyak perhatian karena memiliki osteokonduktivitas yang tinggi adalah hidroksiapatit (Kok et al., 2022). Hidroksiapatit berbasis kalsium fosfat terhidroksilasi memiliki karakteristik tidak bersifat mutagenik, bebas toksisitas, biokompatibilitas tinggi, kemampuan resorpsi jangka panjang sedang dan sifat osteokonduktif (Baladi et al., 2023). Karena adanya kemiripan dengan struktur kimia pada tulang manusia, maka hidroksiapatit memiliki daya tariknya sangat tinggi untuk jaringan keras (Yusuf et al., 2019).

Sintesis hidroksiapatit tidak hanya diperoleh melalui reaksi senyawa-senyawa kimia, namun juga melalui reaksi dari senyawa kimia dengan senyawa alami yang mengandung kalsium misalnya, bahan biogenik (Yusuf et al., 2019). Salah satunya adalah cangkang kerang laut yang mengandung mineral alami kalsium karbonat (CaCO_3) sebesar 98% sebagai bahan bioaktif untuk sintesis hidroksiapatit (Hembrick-Holloman et al., 2020)(Mahmood et al., 2017). Jenis kerang laut yang mudah diakses dan menjadi sumber daya ekonomi di Indonesia adalah kerang darah (*Anadara granosa*) yang mengandung 98.7% CaCO_3 , 0.05% magnesium, dan 0.9% natrium (Saraswati et al., 2023). Metode yang paling banyak digunakan, sederhana, dan konvensional dalam sintesis hidroksiapatit adalah metode presipitasi (Lu et al., 2019).

Meskipun memiliki biokompatibilitas yang sangat baik, material hidroksiapatit memiliki keterbatasan dalam menahan beban karena memiliki sifat mekanik sederhana. Hidroksiapatit rentan terhadap keausan yang cepat, kerusakan, dan keretakan awal pada implant (Singh et al., 2020). Ini dapat diminimalkan dengan mengaplikasikannya sebagai pengisi dalam matriks polimer yang memiliki kemampuan untuk memecah tekanan, meningkatkan kekuatan mekanik, dan pada saat yang sama membatasi fenomena proses perpindahan (migrasi) (Szatkowski et al., 2015). Sehingga metode komposit dengan tujuan menggabungkan serbuk hidroksiapatit dengan polimer menjadi suatu metode alternatif yang terbaik untuk pengembangan perancah (Gritsch et al., 2019).

Kitosan adalah polimer alami yang diperoleh dari deasetilasi kitin dalam kondisi basa dan memiliki sifat unik seperti biokompatibilitas, biodegradabilitas, non-toksitas, mukoadhesi, dan berbagai aktivitas antibakteri dan antijamur (Fakhri et al., 2020; Ielo et al., 2022). Penggabungan dengan kitosan dapat meningkatkan sifat mekanik dari hidroksiapatit, biokompatibilitas yang baik, dan bersifat bioaktif yang berpotensi dalam aplikasi rekayasa jaringan tulang (Casillas-Santana et al., 2023; Galotta et al., 2023). Polivinil alkohol (PVA) merupakan polimer sintesis yang larut dalam air yang bersifat sebagai pembentuk film, pengemulsi, dan perekat yang sangat baik (Mendoza-Cerezo et al., 2023). PVA sebagai agen pengikat silang memiliki biokompatibilitas yang baik. Komposit dari penggabungan hidroksiapatit-kitosan-PVA cocok digunakan sebagai bahan pengganti tulang untuk aplikasi jaringan (Firnanely et al., 2017).

Pada penelitian sebelumnya, hidroksiapatit dari cangkang kerang yang dikompositkan dengan kitosan yang berasal dari cangkang udang disinter dingin memperoleh densitas dari $2,63 \text{ g/cm}^3$ menjadi $2,43 \text{ g/cm}^3$ seiring dengan penambahan kitosan. Kekerasan juga menurun $\sim 1,1 \text{ GPa}$ menjadi $\sim 0,8 \text{ GPa}$, sehingga lebih baik dalam mengatasi sifat mekanik tulang kortikal (Galotta et al., 2023). Komposit hidroksiapatit dari cangkang tutut-kitosan-PVA dapat diaplikasikan sebagai bahan pengisi tulang memiliki nilai viabilitas sel lebih dari 50% dan viskoitas sebesar 36 dPa (Firnanely et al., 2017).

Berdasarkan uraian diatas, maka penelitian ini dilakukan dengan mensintesis hidroksiapatit dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) dengan metode presipitasi dan mengkombinasikan dengan kitosan dan polivinil alkohol untuk memperoleh biokomposit dengan berbagai potensi dalam bidang biomedis.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah untuk penelitian ini adalah:

1. Bagaimana rasio Ca/P pada hidroksiapatit yang dibuat dari cangkang kerang *Anadara granosa* dengan metode presipitasi?
2. Bagaimana pengaruh pencampuran hidroksiapatit, kitosan, dan polivinil alkohol terhadap sifat mekanik dan sifat fisik biokomposit tersebut?

I.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menganalisis rasio Ca/P pada hidroksiapatit yang dibuat dari cangkang kerang *Anadara granosa* dengan metode presipitasi.
2. Menganalisis pengaruh pencampuran hidroksiapatit, kitosan, dan PVA terhadap sifat mekanik dan sifat fisik biokomposit tersebut.