

## PENGARUH KOMPOSISI HIDROKSIAPATIT/KITOSAN/KOLAGEN TERHADAP KARAKTERISTIK *BONEGRAFT*

### *THE INFLUENCE OF HYDROXYAPATITE/CHITOSAN/COLLAGEN COMPOSITION ON THE BONEGRAFT CHARACTERISTICS*

Zeti Lindawati dan Sari Edi Cahyaningrum\*

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
State University of Surabaya

Jl. Ketintang, Surabaya (60231), Telp. 031-8298761

\*Corresponding author, email: [saricahyaningrum@unesa.ac.id](mailto:saricahyaningrum@unesa.ac.id)

**Abstrak.** Komposit hidroksiapatit-kitosan-kolagen (HAp-kitosan-kolagen) sebagai material substitusi tulang yang disintesis dengan metode *ex-situ*. Untuk mendapatkan komposit yang sama dengan struktur dan komposisi dari tulang alami maka untuk fabrikasi material berpori digunakan metode *freeze-drying*. Pada penelitian ini, bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi HAp, kitosan, kolagen terhadap karakteristik kimia dari komposit HAp-kitosan-kolagen. Hasil karakteristik kimia menggunakan FTIR menunjukkan bahwa telah terjadi interaksi antar material penyusun komposit ditandai dengan munculnya gugus-gugus khas dari HAp, kitosan, dan kolagen seperti  $-OH$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $C=O$ , dan  $NH_2$ .

**Kata kunci:** Komposit HAp-kitosan-kolagen, HAp, Kitosan, Kolagen.

**Abstract.** Composite hydroxyapatite-chitosan-collagen (HAp-chitosan-collagen) as bone substitution material synthesized by *ex-situ* method. To obtain the same composite as the structure and composition of the natural bone then for the fabrication of porous material used *freeze-drying* method. In this study, aims to determine the effect of composition of HAp, chitosan, collagen on chemical characteristics of the composite. The results of chemical characteristics using FTIR indicate that interaction between composite materials has been characterized by the presence of distinctive groups of HAp, chitosan, and collagen such as  $-OH$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $C=O$ , and  $NH_2$ .

**Keywords:** Composite HAp-chitosan-collagen, HAp, Chitosan, Collagen.

## PENDAHULUAN

Kerusakan jaringan tubuh disebabkan oleh berbagai kelainan, penyakit maupun kecelakaan, yang mana dapat menyebabkan kecacatan struktur tubuh yang akan menimbulkan gangguan terhadap fungsi tubuh seperti patah tulang (fraktur) [1]. Dalam dunia medis penanganan kasus patah tulang biasanya dilakukan dengan pemasangan implan dari logam. Pada saat pembentukan tulang sempurna, implan harus dilepas karena akan mengganggu jaringan-jaringan di pembuluh darah, sehingga diperlukan alternatif lain tanpa membedah ulang tulang yang telah diimplan tersebut. Biomaterial adalah material sintetik yang bisa digunakan untuk menggantikan implan dari logam yang mampu berinteraksi dengan sistem biologis dengan cara kontak langsung dengan jaringan tubuh [2]. Selain

itu, memiliki sifat *bioactive*, *biocompatible*, *osteoconductive*, *osteoinductive*, tidak toksik, tidak merusak jaringan imun, dan dapat menimbulkan pembengkakan [3][4]. Biomaterial berasal dari keramik kalsium fosfat yang terdiri dari 80% hidroksiapatit (HAp) [5]. Hidroksiapatit ( $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ ) merupakan senyawa anorganik penyusun jaringan keras tubuh manusia [6]. Hidroksiapatit memiliki kekuatan mekanik yang rendah dan tidak bersifat *osteoinductive*, sehingga diperlukan material penguat dan memiliki sifat *osteoinductive* yakni kitosan.

Kitosan merupakan polimer hasil deasetilasi dari kitin yang mampu membentuk pori pada komposit [7]. Selain itu, struktur kitosan mirip dengan glikosaminoglikan yang merupakan komponen utama matriks ekstraseluler tulang manusia [8].

Komposit HAp-kitosan memiliki sifat yang kaku sehingga diperlukan material yang dapat memberikan keelastisan pada komposit yakni kolagen. Kolagen yang memiliki kemiripan dengan kolagen yang terdapat pada tubuh manusia adalah kolagen tipe I. Kolagen tipe I ini dapat diperoleh dari hewan seperti tulang sapi, dan sisik ikan nila.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis komposit HAp-kitosan-kolagen dengan metode *ex-situ* dengan perbandingan massa 7:2:1. Metode tersebut dilakukan setelah pembentukan sampel utama, yakni HAp [9]. Kurniasari (2016) [10] berhasil mensintesis komposit HAp-kitosan-kolagen dengan perbandingan massa 7:1:2 menghasilkan gugus fungsi hidroksil, fosfat, dan karbonat yang mengindikasikan adanya HAp serta adanya pergeseran gugus karbonil dan amina yang berasal dari kitosan dan kolagen. Hal tersebut menunjukkan bahwa telah terjadi ikatan antara HAp, kitosan, dan kolagen. Untuk fabrikasi material berpori menggunakan metode *freeze drying* lalu dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR (*Fourier Transform Infrared*).

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tulang sapi,  $H_2O_2$ ,  $H_3PO_4$ , NaOH, kitosan, kolagen,  $CH_3COOH$  2%, dan aquademin.

### Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer, *magnetic stirrer*, ayakan 100 mesh, *furnace Select-Horn*, neraca analitik OHAUS Pioneer™, *freeze dryer Alpha 1-2 LD plus* dan indikator universal serta pH meter. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Fourier Transform Infra Red Spectrophotometer* (FTIR) 8400S/Shimadzu.

## Prosedur Penelitian

### Sintesis Hidroksiapatit

Tulang sapi dicuci hingga bersih untuk menghilangkan jaringan lunak lalu direbus untuk membersihkan lemak-lemak yang masih menempel. Tulang sapi yang telah bersih direndam pada larutan  $H_2O_2$  untuk menghilangkan lemak yang masih menempel. Proses ini dilakukan berulang-ulang agar tulang sapi benar-benar bersih dari lemak lalu dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu  $900^\circ C$  selama 5

jam kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR.

## Sintesis Komposit Hidroksiapatit-Kitosan-Kolagen

Sebanyak 0,5 g kitosan dilarutkan dalam asam asetat 2% kemudian di tempat yang lain 1,75 g HAp dilarutkan dalam asam fosfat. Larutan kitosan yang telah terbentuk kemudian ditambahkan tetes demi tetes ke dalam larutan HAp sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Sebanyak 0,25 g kolagen dilarutkan ke dalam asam asetat 2% lalu ditambahkan tetes demi tetes ke dalam larutan HAp-kitosan sambil diaduk. Komposit yang telah terbentuk dinetralkan pHnya kemudian di *freeze dry*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

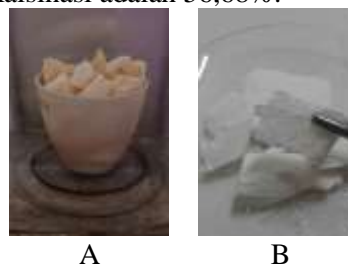
### Sintesis Hidroksiapatit

Pada tahap preparasi mula-mula tulang-tulang sapi dibersihkan setelah dipotong-potong menjadi ukuran yang lebih kecil. Tulang sapi direbus berulang-ulang agar bisa memisahkan tulang dengan lemaknya, lalu direndam dengan larutan  $H_2O_2$  untuk menghilangkan lemak yang masih menempel di tulang.



Gambar 1. Hasil perendaman dengan larutan  $H_2O_2$

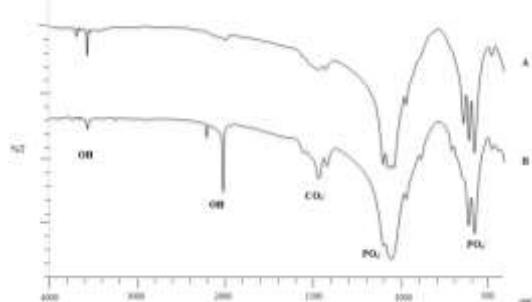
Tulang sapi yang sudah bebas dari lemak-lemak kemudian dikalsinasi pada suhu  $900^\circ C$  selama 5 jam. Tulang sapi mengalami perubahan warna juga perubahan massa akibat adanya pelepasan karbondioksida. Massa tulang sapi setelah kalsinasi adalah 56,68%.



Gambar 2. (a) Tulang sebelum kalsinasi berwarna kuning, (b) tulang

setelah kalsinasi berwarna putih.

Pada suhu 100°C air yang masih terkandung dalam tulang mulai menguap lalu komponen-komponen organik mulai teroksidasi di bawah suhu 450°C. Dekomposisi  $MgCO_3$  terjadi pada suhu 540°C sedangkan  $CaCO_3$  pada suhu 750°C. Mineral-mineral yang masih tersisa dalam tulang sapi terjadi pada saat suhu mulai mencapai 900°C lalu tulang sapi dianalisa gugus fungsinya.



Gambar 3. (a) Spektrum HAp Bank Jaringan, (b) Spektrum Hasil Kalsinasi Tulang Sapi

Tabel 1. Perbandingan Bilangan Gelombang HAp Bank Jaringan dengan Hasil Kalsinasi Tulang Sapi.

Gugus Fungsi	Bilangan gelombang ( $cm^{-1}$ )		
	Hasil Kalsinasi Tulang Sapi	HAp BJ	
$PO_4^{3-}$	$\nu_1$	961,25	961,25
	$\nu_2$	471,36	473,29
	$\nu_3$	1048,04	1030,68
		1090,47	1049,97
$CO_3^{2-}$	$\nu_4$	571,65	571,65
		604,44	602,51
		876,38	
		1414,49	1420,27
OH		1462,7	1460,78
		700,87	633,37
		2016,24	1993,09
		2205,25	2077,95
	3570,76	3572,68	

Pada data di atas menunjukkan bahwa HAp telah terbentuk dari tulang sapi yang dikalsinasi pada suhu 900°C.

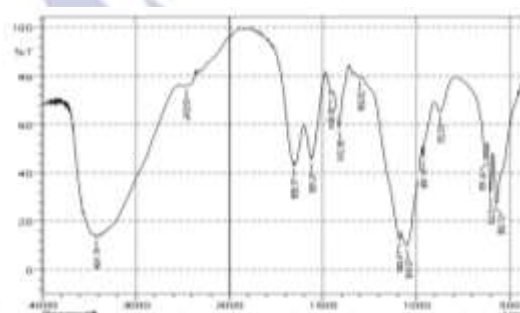
#### Sintesis Komposit HAp-Kitosan-Kolagen

Pada pembuatan larutan kitosan digunakan asam asetat karena kitosan hanya bisa larut dalam asam organik dengan pH sekitar 4. Hidroksiapatit dilarutkan dengan asam fosfat kemudian ditambahkan larutan kitosan tetes demi

tetas agar dapat terdistribusi secara sempurna. Larutan HAp-kitosan kemudian ditambahkan larutan kolagen tetes demi tetes juga. Larutan HAp-kitosan-kolagen memiliki pH 4 lalu dinetralkan sebelum difreeze dry. Komposit HAp-kitosan-kolagen memiliki warna kuning yang pekat.



Gambar 4. Komposit HAp-kitosan-kolagen.



Gambar 5. Spektrum komposit HAp-kitosan-kolagen.

Tabel 2. Bilangan gelombang dari komposit HAp-kitosan-kolagen.

Gugus Fungsional	Bilangan Gelombang ( $cm^{-1}$ )	
$-PO_4^{3-}$	$\nu_1$	963,18
	$\nu_2$	
	$\nu_3$	1049,97
	$\nu_4$	1090,47
C-O		569,72
		602,51
-OH		872,53
		1412,56
-NH		3424,18
-C=O		1655,57

Pada spektrum di atas menunjukkan bahwa telah terjadi ikatan antar HAp, kitosan, dan kolagen ditandai dengan munculnya gugus-gugus khas dari HAp, kitosan, dan kolagen. Gugus khas HAp yakni  $-OH$ ,  $PO_4^{3-}$ , dan  $CO_3^{2-}$  sedangkan gugus khas dari kitosan dan kolagen yaitu  $C=O$  dan  $NH_2$ .

**SIMPULAN**

Hasil penelitian menunjukkan bahwa telah terjadi ikatan antar HAp, kitosan, dan kolagen ditandai dengan munculnya gugus-gugus khas dari HAp, kitosan, dan kolagen. Gugus fungsi  $-OH$ ,  $PO_4^{3-}$ , dan  $CO_3^{2-}$  merupakan gugus khas dari HAp sedangkan  $C=O$  dan  $NH_2$  merupakan gugus khas dari kitosan dan kolagen.

**DAFTAR PUSTAKA**

1. Saputra, Fakhri, Ahmad Fadli, dan Amun Amri. 2016. Kinetika Reaksi pada Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi. *Jom FTEKNIK*. Vol. 3, No. 1: hal 1-6.
2. Prabaningtyas, R. AJ. Mahardhika Safanti, drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MD. Sc., dan drg. Nadie Fatimatu Zahro, MD. Sc. 2015. *Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintetis Menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR)*. Skripsi. Jember: Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.
3. Warastuti, Yessy dan Basril Abbas. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Pasta *Injectable Bone Substitute* Iradiasi Berbasis Hidroksiapatit. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi*. Hal: 73-95.
4. Monica, Silvia, Charlena, dan Irma Herawati Suparto. 2015. *Sintesis dan Pencirian Komposit Hidroksiapatit-Gelatin dengan Presipitasi Basah Secara In-Situ dan Ex-Situ*. Skripsi. Bogor: Departemen Kimia FMIPA IPB.
5. Anwar, Saifudin Ali dan Solechan. 2014. 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*. *Prosiding SNATIF ke-1*. Hal. 137-144.
6. Darwis, Darmawan dan Yessy Warastuti. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) sebagai Graft Tulang Sintetik. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi*. Vol. 4, No. 2: hal. 143-153.
7. Fitri, Desy Kusuma. 2014. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Keong Sawah (*Bellamy javanica*) dengan Metode Basah dan Modifikasi Pori dengan Kitosan. *Skripsi*. Bogor: Departemen Kimia FMIPA IPB.
8. Wattanuchariya, Wassanai and Whattanapong Changkowchai. 2014. Characterization of Porous Scaffold from Chitosan-Gelatin/Hydroxyapatite for Bone Grafting. *Proceeding of the International MultiConference of Engineers and Computer Scientists*. Vol. II.
9. Arifah, Siti Lailatul dan Sari Edi Cahyaningrum. 2017. *Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit-Kitosan-Kolagen Sebagai Biomaterial Bone Graft*. Skripsi tidak diterbitkan. Surabaya: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya.
10. Kurniasari, Meita dan Sari Edi Cahyaningrum. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit-Kolagen-Kitosan (HA/Coll/Chi) dengan Metode Ex-Situ*. Skripsi tidak diterbitkan. Surabaya: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya.