

## INTISARI

### PENGEMBANGAN *SCAFFOLD* DAN SEDIAAN GEL BERBAHAN DASAR BOKERAMIK DARI CANGKANG KERANG ABALON (*HALIOTIS ASININA*) DAN BIOPOLIMER *HONEYCOMB* UNTUK APLIKASI BIOMATERIAL

Oleh

Mona Sari

19/450285/SPA/00667

Penelitian ini bertujuan untuk fabrikasi dan karakterisasi biokeramik hidroksiapatit (HAp) dan karbonat hidroksiapatit (CHAp) berbahan dasar biogenik dari cangkang kerang abalon (*Haliotis asinina*) dengan variasi suhu kalsinasi dan waktu pengadukan menggunakan metode presipitasi, ekstraksi lilin *honeycomb* (HCB) digunakan dalam fabrikasi dan karakterisasi *scaffold* HAp dan *scaffold* CHAp dengan metode *porogen leaching* untuk aplikasi rekayasa jaringan tulang, fabrikasi dan karakterisasi sediaan gel HAp-Abalon dengan variasi konsentrasi 0, 10, 20, 30, dan 40 wt% sebagai agen remineralisasi enamel gigi untuk aplikasi karies gigi, dan melakukan pelapisan dan karakterisasi plat CHAp/Ti dan *scaffold* CHAp/Ti dengan variasi waktu pencelupan selama 10, 20, dan 30 menit menggunakan metode *Electrophoretic Deposition Dip-coating* (EP2D) untuk aplikasi implan tulang. Karakterisasi sampel dilakukan untuk mengetahui sifat *physicochemical* melalui hasil uji *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX), dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), sifat mekanik melalui uji kekerasan mikro pada enamel gigi setelah mendapat perlakuan remineralisasi dan uji kuat tekan pada plat, dan viabilitas sel melalui uji klinis *in vitro* yang terdiri dari kultur sel dan uji MTT ((3-(4,5-Dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide).

HAp dan CHAp terbaik digunakan sebagai bahan dasar *scaffold*. Analisis EDX menunjukkan bahwa rasio molar Ca/P dari HAp dan CHAp masing-masing sebesar 1,67 (rasio stoikiometri HAp) dan 1,73 (mendekati rasio molar Ca/P pada tulang alami yakni sebesar 1,71). Hasil XRD dan FTIR menunjukkan bahwa fase yang terbentuk dari HAp and CHAp yang disintesis masing-masing merupakan HAp dan CHAp tipe-B. *Scaffold* HAp 30 wt% dan CHAp 40 wt% merupakan sampel terbaik dan keduanya memiliki sifat *physicochemical* dan viabilitas yang sama. Hasil spektrum FTIR untuk biokeramik dan *scaffold* menunjukkan bahwa tidak terjadi dekomposisi kimia pada proses fabrikasi *scaffold*. Porositas *scaffold* cenderung meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi HCB. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa HCB telah terdegradasi dari *scaffold* dan penambahan porogen HCB juga menurunkan ukuran

kristalit. Viabilitas sel dan morfologi kedua *scaffold* menunjukkan bahwa *scaffold* dapat menjadi media perlekatan sel MC3T3E1.

Gel HAp-Abalon 20 wt%, dengan ukuran kristalit ( $15 \pm 1$ ) nm, merupakan konsentrasi terbaik untuk mencapai remineralisasi enamel gigi ( $(86 \pm 6)$  VHN) pada lapisan superfisial. Berdasarkan hasil uji viabilitas sel pada gel HAp-Abalon 20 wt%, pertumbuhan sel NIH/3T3 mulai dihambat oleh gel HAp-Abalon pada konsentrasi 1000  $\mu\text{g/mL}$  yang didukung oleh nilai *half maximal inhibitory concentration* ( $\text{IC}_{50}$ ) sebesar 1497  $\mu\text{g/mL}$ . Berdasarkan analisis uji statistik *one-way analysis of variance* (ANOVA), nilai rata-rata viabilitas sel dan nilai kekerasan mikro pada permukaan enamel gigi memiliki perbedaan yang signifikan ( $p < 0,05$ ).

Biokeramik CHAp dan *scaffold* CHAp 40 wt% memiliki potensi untuk pelapisan dengan Ti dalam aplikasi implan tulang. Pada penelitian ini nilai kuat tekan untuk semua variasi waktu pencelupan berkisar antara 54–83 MPa. Ketebalan yang diperoleh juga sudah sesuai dengan parameter ketebalan yang dibutuhkan untuk pelapisan yakni sebesar 50–200  $\mu\text{m}$ . Nilai viabilitas sel plat CHAp/Ti lebih tinggi dari plat *scaffold* CHAp/Ti. Permukaan CHAp/Ti tidak berubah setelah proses pelapisan. Hasil ini baik untuk aplikasi implan tulang.

**Kata-Kata Kunci:** cangkang kerang abalon, biokeramik, *scaffold* remineralisasi enamel gigi, pelapisan, *electrophoretic deposition dip-coating*, rekayasa jaringan tulang, karies gigi, implan tulang

## ABSTRACT

### DEVELOPMENT OF SCAFFOLD AND GEL PREPARATION BASED ON BIOCERAMICS FROM ABALONE MUSSEL SHELLS (*HALIOTIS ASININA*) AND HONEYCOMB BIOPOLYMER FOR BIOMATERIAL APPLICATIONS

Oleh

Mona Sari

19/450285/SPA/00667

This study aimed to fabricate and characterize the bioceramics hydroxyapatite (HAp) and carbonated hydroxyapatite (CHAp) based on biogenic materials from abalone mussel shells (*Haliotis asinina*) with calcination temperature and stirring time variations using the precipitation method, extraction of honeycomb wax (HCB) is used in the fabrication and characterization of HAp and CHAp scaffolds using the porogen leaching method for bone tissue engineering applications, fabrication and characterization of gel HAp-Abalone preparations with various concentrations of 0, 10, 20, 30, and 40 wt% as a tooth enamel remineralization agent for dental caries applications, and perform and characterization of CHAp/Ti and *scaffold* CHAp/Ti plates with immersion time variations of 10, 20, and 30 min using the Electrophoretic Deposition Dip-coating (EP2D) method for bone implant applications. Sample characterizations were carried out to determine physicochemical properties through X-Ray Diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX), and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) test results, mechanical properties through microhardness test on enamel teeth after receiving remineralization treatment and compressive strength tests on plates, and cell viability through in vitro clinical tests consisting of cell culture and MTT ((3-(4,5-Dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide) tests for scaffold, gel, and plates.

The best HAp and CHAp are used as base of scaffold materials. EDX analysis showed that the Ca/P molar ratio of HAp and CHAp were 1.67 (HAp stoichiometric ratio) and 1.73 (close to the Ca/P molar ratio in the natural bone of 1.71), respectively. XRD and FTIR results showed that the synthesized HAp and CHAp phases were HAp and B-type CHAp, respectively. The scaffolds HAp 30 wt% and CHAp 40 wt% were the best samples, and both had the same physicochemical properties and viability. The results of the FTIR spectrum for bioceramic and scaffold showed that no chemical

decomposition occurred in the scaffold fabrication process. Scaffold porosity tended to increase along with the increase in HCB concentration. The results of XRD analysis showed that HCB had been degraded from the scaffold and the addition of HCB porogen also decreased the crystallite size. Cell viability and morphology of the two scaffolds showed that they could be a medium for MC3T3E1 cell attachment.

The gel HAp-Abalone 20 wt%, with a crystallite size of  $(15 \pm 1)$  nm, was the best concentration to achieve tooth enamel remineralization ( $(86 \pm 6)$  VHN) in the superficial layer. Based on the cell viability test results on the gel HAp-Abalone 20 wt%, the growth of NIH/3T3 cells was inhibited by the gel HAp-Abalone 20 wt% at a concentration of 1000 g/mL supported by the half-maximal inhibitory concentration (IC50) of 1497  $\mu$ g/mL. Based on the one-way ANOVA statistical test analysis, the average cell viability and microhardness values on the tooth enamel surface had a significant difference ( $p < 0,05$ ).

Bioceramic CHAp and scaffold CHAp 40 wt% had potential for coating with Ti alloys in bone implant applications. In this study, the compressive strength values for all variations of immersion time ranged from 54–83 MPa. The thickness obtained was also in accordance with the thickness parameters required for the coating, which was 50–200  $\mu$ m. The cell viability value of CHAp/Ti plate was higher than that of CHAp/Ti plate. The surface of the CHAp/Ti plate did not change after the coating process. These results were good for bone implant applications.

**Keywords:** Abalone mussel shells, bioceramics, honeycomb, scaffold, remineralization, dental caries, coatings, electrophoretic deposition dip coating