



**KARAKTERISASI GIPSUM TIPE III DAUR ULANG
MENGUNAKAN X – RAY *DIFFRACTION* (XRD)**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kedokteran Gigi (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Kedokteran Gigi

Oleh

**Asyiah Hamasah Izzati
NIM 111610101088**

**BAGIAN ILMU KEDOKTERAN GIGI DASAR
FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI
UNIVERSITAS JEMBER
2015**



**KARAKTERISASI GIPSUM TIPE III DAUR ULANG
MENGUNAKAN X – RAY *DIFFRACTION* (XRD)**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kedokteran Gigi (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Kedokteran Gigi

Oleh

**Asyiah Hamasah Izzati
NIM 111610101088**

**BAGIAN ILMU KEDOKTERAN GIGI DASAR
FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI
UNIVERSITAS JEMBER
2015**

PERSEMBAHAN

Bismillahirrohmanirrahiim, dengan segala ketulusan hati skripsi ini saya persembahkan untuk :

1. Allah SWT, karena atas limpahan rahmat dan karuniaNya saya dapat menuntut ilmu di Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.
2. Rasulullah Muhammad SAW, sebagai suri tauladan dalam mengambil setiap langkah.
3. Orang tua yang sangat saya cintai atas doa yang tak henti-hentinya, kasih sayang dan segalanya yang mereka punya hanya untuk keberhasilanku.
4. Saudara-saudariku tersayang dan keluarga besar yang selalu mendoakan serta memotivasi agar tetap semangat dalam menuntut ilmu.
5. Pahlawan tanpa tanda jasaku sejak taman kanak-kanak, sekolah dasar, sekolah menengah pertama hingga sekolah menengah akhir yang telah bersedia mendidik dan berbagi ilmu.

MOTO

“Jika Allah menolong kamu, maka tidak ada yang dapat mengalahkanmu, tetapi jika Allah membiarkan kamu, maka siapa yang dapat menolongmu setelah itu? Karena itu hendaklah kepada Allah saja orang mukmin bertawaqal” (QS. Ali Imran:160)

Al Qur'an dan Terjemahan. 2012. Bandung. PT Syaamil Cipta Media.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Asyiah Hamasah Izzati

NIM : 111610101088

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya tulis ilmiah yang berjudul “**Karakterisasi Gypsum Tipe III Daur Ulang menggunakan *X – Ray Diffraction (XRD)***” adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya plagiat. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 31 Juli 2015

Yang menyatakan,

Asyiah Hamasah Izzati

NIM 111610101088

SKRIPSI

**KARAKTERISASI GIPSUM TIPE III DAUR ULANG
MENGUNAKAN *X – RAY DIFFRACTION* (XRD)**

Oleh

**Asyiah Hamasah Izzati
NIM 111610101088**

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : drg. Agus Sumono, M.Kes.
Dosen Pembimbing Pendamping : drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MD.Sc.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Karakterisasi Gypsum Tipe III Daur Ulang menggunakan *X - Ray Diffraction* (XRD)” telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : 31 Juli 2015

tempat : Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember

Tim Penguji:

Dosen Penguji Ketua

Dosen Penguji Anggota

Dr. FX Ady Soesetijo, drg., Sp.Pros.
NIP 196005091987021001

drg. Kiswaluyo, M.Kes.
NIP 196708211996011001

Dosen Pembimbing Utama

Dosen Pembimbing Pendamping

drg. Agus Sumono, M.Kes.
NIP 196804012000121001

drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MD.Sc.
NIP 197905052005011000

Mengesahkan
Dekan Fakultas Kedokteran Gigi
Universitas Jember,

drg. Rahardyan Parnaadji, M.Kes., Sp. Pros.
NIP 196901121996011001

RINGKASAN

Karakterisasi Gypsum Tipe III Daur Ulang menggunakan X – Ray Diffraction (XRD); Asyiah Hamasah Izzati, 111610101088; 2015; 33 halaman; Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

Gypsum tipe III sering digunakan sebagai bahan reproduksi hasil cetakan menjadi model kerja. Hal tersebut didasarkan pada sifatnya yang baik terutama ekspansi pengerasan yang kecil, cukup kuat dan kompatibel terhadap hasil cetakan. Tetapi model kerja yang telah dijelaskan tersebut setelah digunakan dibuang begitu saja menjadi limbah yang dapat mengganggu ekosistem. Gypsum secara kimiawi mempunyai sifat reaksi yang reversibel sehingga memungkinkan untuk didaur ulang dengan cara merubah dihidrat menjadi hemihidrat dalam hal ini menghilangkan kandungan air. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan uji kekuatan mekanis dan waktu pengerasan yang menunjukkan adanya perubahan. Perubahan ini diduga oleh karena terdapat perubahan karakteristik gypsum tipe III. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik gypsum tipe III daur ulang menggunakan X – Ray Diffraction. Gypsum tipe III merek *Blue Dental Plaster* dimanipulasi dengan air dengan W:P 0.45 kemudian dicetak pada *standart rubber* sehingga menjadi model gypsum. Model gypsum dihaluskan dengan mortal dan alu sehingga menjadi bubuk gypsum. Bubuk gypsum kemudian diayak dengan ayakan no 100 mesh. Hasil ayakan berupa partikel gypsum dipanaskan dengan *oven* dengan suhu 105°C selama satu jam kemudian dipanaskan dalam *autoclave* dengan suhu 110 – 130°C. Setelah itu dilakukan uji XRD dengan X – Ray Diffractometer merek *Advanced X – Ray Diffractometer Bruker AXS*. Hasil analisa menunjukkan bahwa gypsum tipe III daur ulang memiliki komposisi utama yang sama dengan gypsum tipe III dan data *Joint Comitte of Powder Diffraction Standart (JCPDS)* kalsium sulfat hemihidrat no 33 – Gypsum tipe III daur ulang memiliki perbedaan morfologi, derajat kristalinitas, ukuran kristalit dan impuritis. Perbedaan ini diduga mempengaruhi perubahan sifat-sifat gypsum tipe III daur ulang berupa waktu pengerasan dan kekuatan tekan hancur. Gypsum tipe III daur ulang dengan XRD secara umum memiliki kesamaan.

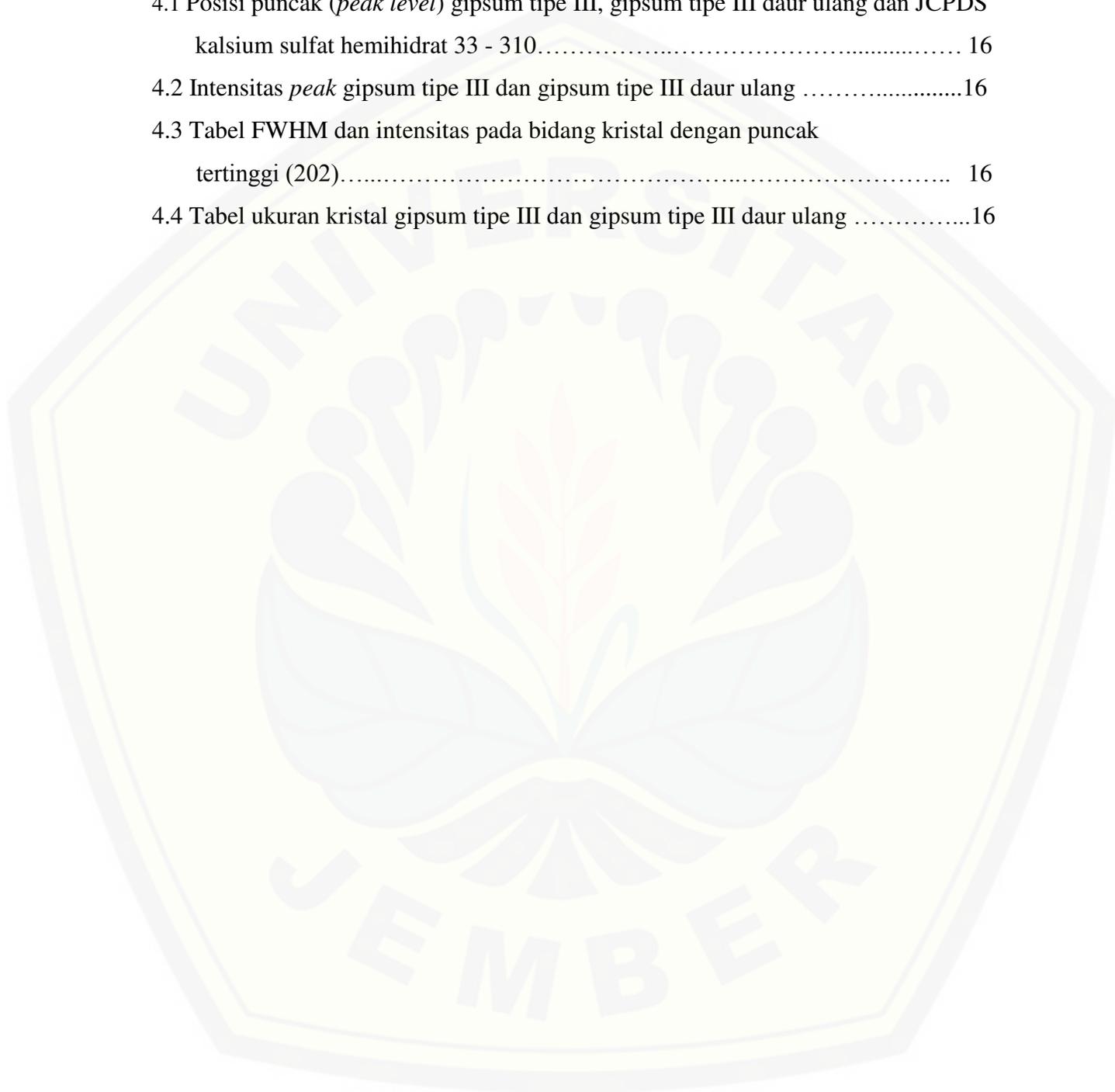
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN.....	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	2
1.3. Tujuan Penelitian	2
1.4. Manfaat Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1. Gypsum Kedokteran Gigi	4
2.2. Gypsum Tipe III	5
2.2.1 Sifat Gypsum Tipe III	5
2.3. Gypsum Tipe III Daur Ulang	8
2.4. X – Ray Diffraction	8
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	10
3.1. Jenis Penelitian	10
3.2. Tempat dan Waktu Penelitian	10

3.2.1 Tempat Penelitian	10
3.2.2 Waktu Penelitian	10
3.3. Variabel Penelitian	10
3.3.1 Variabel Bebas	10
3.3.2 Variabel Terikat	10
3.3.3 Variabel Terkontrol	10
3.4. Definisi Operasional	11
3.4.1 Karakterisasi	11
3.4.2 Model gipsum	11
3.4.3 Gypsum Tipe III	11
3.4.4 Gypsum Tipe III Daur Ulang	11
3.5. Sampel Penelitian	11
3.5.1 Kriteria Sampel	11
3.6. Alat dan Bahan	12
3.6.1 Alat Penelitian	12
3.6.2 Bahan Penelitian	12
3.7. Cara Kerja	12
3.7.1 Pembuatan Gypsum Tipe III Daur Ulang	12
3.7.2 Karakterisasi Gypsum Tipe III Daur Ulang menggunakan <i>X – Ray Diffraction</i>	13
3.8. Analisa Data	13
3.9. Alur Penelitian	14
BAB 4.HASIL DAN PEMBAHASAN	15
4.1 Hasil Penelitian	15
4.2 Pembahasan	17
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	21
5.1 Kesimpulan	21
5.2 Saran	21
DAFTAR PUSTAKA	22
LAMPIRAN	25

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Posisi puncak (<i>peak level</i>) gipsum tipe III, gipsum tipe III daur ulang dan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat 33 - 310.....	16
4.2 Intensitas <i>peak</i> gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang	16
4.3 Tabel FWHM dan intensitas pada bidang kristal dengan puncak tertinggi (202).....	16
4.4 Tabel ukuran kristal gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang	16

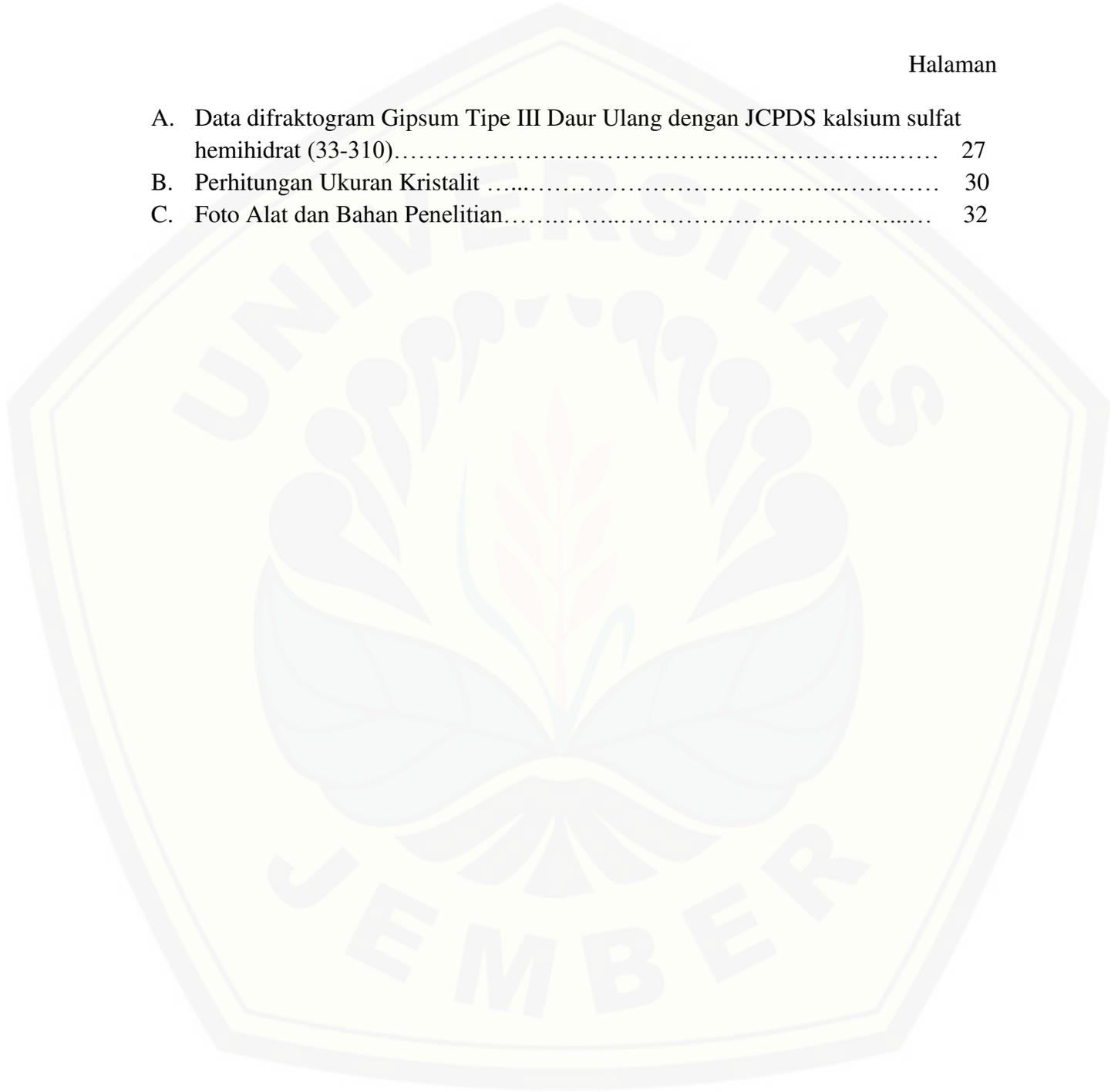


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Proses hidrasi dan dehidrasi kalsium sulfat dihidrat	4
2.2 Gambaran <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) kalsium sulfat hemihidrat	6
2.3 Gambaran <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) kalsium sulfat dihidrat setelah 0.5 jam reaksi	7
4.1 Difraktogram hasil karakterisasi gipsum tipe III daur ulang, gipsum tipe III dan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310)	16

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Data difraktogram Gypsum Tipe III Daur Ulang dengan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310).....	27
B. Perhitungan Ukuran Kristalit	30
C. Foto Alat dan Bahan Penelitian.....	32



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Gypsum merupakan mineral alam yang berupa kalsium sulfat dihidrat (Olson, 2000). Agar dapat digunakan dibidang kedokteran gigi, kalsium sulfat dihidrat dikonversi menjadi kalsium sulfat hemihidrat melalui proses pemanasan. Hasil pengolahan dari pemanasan menghasilkan beberapa tipe gipsum. Anusavice (2003) menjelaskan bahwa terdapat lima tipe gipsum kedokteran gigi. Salah satu yang sering digunakan adalah gipsum tipe III (*dental stone*). Gipsum tipe III digunakan untuk reproduksi hasil cetakan menjadi model kerja dimana diatas model kerja tersebut akan dikonstruksi protesa (Phillips, 1991). Model kerja setelah digunakan untuk konstruksi protesa dibuang begitu saja sehingga menjadi limbah.

Limbah gipsum adalah limbah anorganik yang tidak dapat terurai secara sempurna dalam tanah sehingga dapat menyebabkan air tanah (*groundwater*) terkontaminasi (Rutherford *et al*, 1994). Air tanah yang terkontaminasi limbah gipsum dapat menyebabkan pH air tanah menjadi asam oleh karena kandungan SO_4^{2-} atau basa oleh karena kandungan Ca^{2+} (Tayibi *et al*, 2009). Air tanah yang terlalu asam atau basa dapat menyebabkan gangguan *homeostatis* dalam tubuh apabila dikonsumsi sebagai air minum secara terus menerus (Guyton & Hall, 2007).

Analisis tentang banyaknya limbah gipsum kedokteran gigi di FKG Universitas Jember menyebutkan bahwa setiap tahun Laboratorium Ilmu Kedokteran Gigi Dasar FKG Universitas Jember menghasilkan 200 kg limbah gipsum tipe III. Limbah gipsum tersebut dibuang dengan cara ditimbun di dalam

tanah. Jumlah limbah gipsium yang besar dan cara pembuangan limbah gipsium dapat menyebabkan dampak buruk terhadap lingkungan. Dampak lingkungan yang disebabkan oleh limbah gipsium kedokteran gigi diperlukan usaha untuk menanggulangnya dengan cara mendaur ulang. Limbah gipsium dapat didaur ulang kembali dengan cara menghilangkan kandungan airnya oleh karena proses pembuatan gipsium tipe III bersifat reversibel (Combe, 1992).

Penelitian sebelumnya menyatakan bahwa terdapat penurunan kekuatan tekan (*compressive strength*) pada gipsium tipe III daur ulang (Rifa'i, 2000) dan peningkatan waktu pengerasan pada gipsium tipe III daur ulang (Kurniawan, 2012) jika dibandingkan dengan gipsium hasil olahan pabrik. Perbedaan ini disebabkan karena beberapa hal, salah satunya yaitu dugaan penurunan kualitas gipsium pada gipsium tipe III daur ulang sehingga terjadi perbedaan antara gipsium tipe III dan gipsium tipe III daur ulang dalam uji kekuatan tekan dan waktu pengerasan.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan sebelumnya maka perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui penyebab penurunan kualitas gipsium tipe III daur ulang dengan uji karakterisasi material menggunakan *X - Ray Diffraction* (XRD). XRD merupakan alat yang dapat mengetahui karakteristik material meliputi derajat kristalinitas, jenis unsur yang terkandung, kemurnian, dan bentuk kristal.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah diatas, maka perlu dilakukan karakterisasi gipsium tipe III daur ulang menggunakan *X - Ray Diffraction* (XRD).

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik gipsium tipe III daur ulang dengan uji karakterisasi material menggunakan *X - Ray Diffraction* (XRD).

1.4 Manfaat

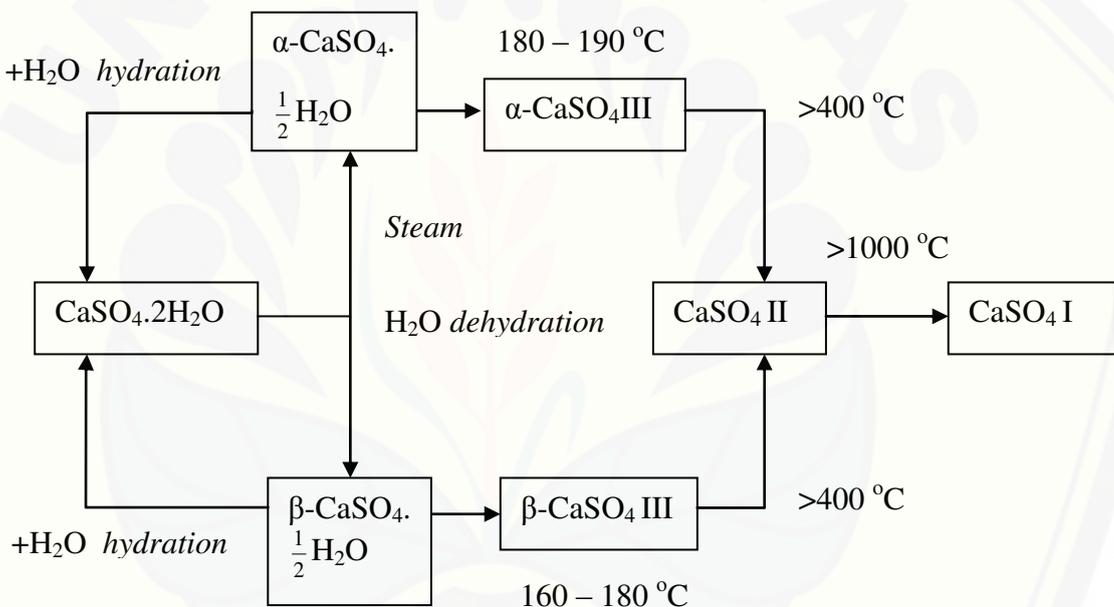
Penelitian ini diharapkan dapat memberi beberapa manfaat, yaitu :

- 1.4.1 Mengetahui karakteristik gipsum tipe III daur ulang.
- 1.4.2 Mengetahui kualitas gipsum tipe III daur ulang.
- 1.4.3 Dapat digunakan sebagai bahan pertimbangan dalam hal bahan untuk reproduksi hasil cetakan.
- 1.4.4 Mereduksi akumulasi limbah dengan harapan dapat mengurangi pencemaran lingkungan.
- 1.4.5 Penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai petunjuk untuk pengembangan penelitian selanjutnya.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

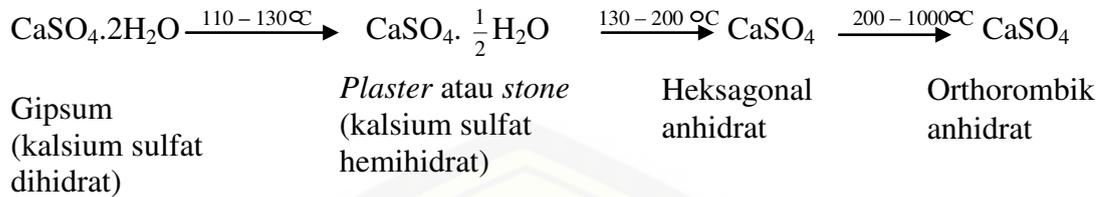
2.1 Gypsum Kedokteran Gigi

Gypsum kedokteran gigi merupakan hasil dari pengolahan gipsium di alam. Secara kimiawi, gipsium yang berada di alam adalah kalsium sulfat dihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Anusavice, 2003). Selanjutnya kalsium sulfat dihidrat diolah dengan proses dehidrasi sehingga terbentuk berbagai derivat (Gambar 2.1).



Gambar 2.1 Proses hidrasi dan dehidrasi kalsium sulfat dihidrat (Yang *et al*, 2010)

Proses dehidrasi dengan jenis pemanasan dan temperatur tertentu akan mempengaruhi hasil olahan kalsium sulfat dihidrat menjadi beberapa jenis gipsium kedokteran gigi. Spesifikasi ADA (*American Dental Association*) no. 25 menyebutkan bahwa produk gipsium kedokteran gigi dibagi menjadi 5 yaitu: *Impression plaster* (Tipe I), *Plaster Model* (Tipe II), *Dental Stone* (Tipe III), *Dental Stone High Strength* (Tipe IV), dan *Dental Stone High Strength High Expansion* (Tipe V) (Anusavie, 2003). Reaksi kimianya sebagai berikut:

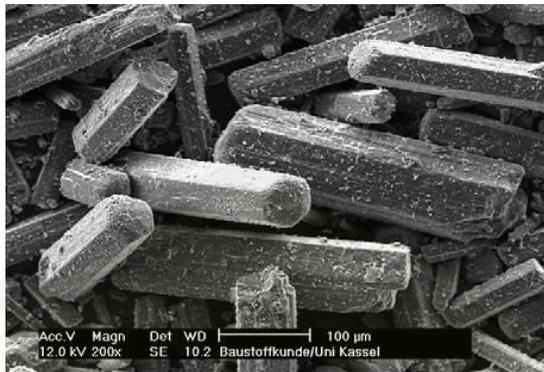


Impression plaster (tipe I) digunakan untuk mendapat replika negatif dari daerah yang akan dicetak. *Plaster model* (tipe II) digunakan untuk keperluan laboratoris seperti model studi, menanam model dalam kuvet, memasang model dalam artikulator dan sebagai basis model kerja. *Dental stone* (tipe III) digunakan untuk reproduksi hasil cetakan menjadi model kerja dimana diatas model kerja tersebut akan dikonstruksi protesa. *Dental stone high strength* (Tipe IV), dan *dental stone high strength high expansion* (Tipe V) memiliki fungsi yang sama sebagai reproduksi *die* atau model kerja dimana konstruksi restorasi pada model tersebut membutuhkan keakuratan tinggi dan hasil yang detail (Anusavice, 2003).

2.2 Gypsum Tipe III

Gypsum tipe III atau yang sering disebut *dental stone* merupakan jenis gipsium yang digunakan untuk pembuatan model kerja yang digunakan pada konstruksi protesa (Anusavice, 2003). Gypsum tipe III (kalsium sulfat α - hemihidrat) merupakan derivat kedua yang didapat dari pengolahan gipsium (kalsium sulfat dihidrat). Ketika gipsium (kalsium sulfat dihidrat) dipanaskan pada suhu 110 – 130 °C dengan panas bertekanan (menggunakan *autoclave*) maka akan didapat gipsium tipe III (kalsium sulfat α – hemihidrat). Kristal dari gipsium tipe III ini berbentuk prismatic teratur dan padat seperti yang terlihat pada Gambar 2.2 (Anusavice, 2003). Komposisi gipsium tipe III menurut Anusavice (2003) terdiri dari sebagai berikut:

- a. Kalsium sulfat hemihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) sebagai komposisi utama.
- b. Bahan pewarna sebagai bahan pelengkap untuk membedakan dengan bahan yang lain.
- c. Bahan aditif sebagai pengontrol waktu pengerasan.



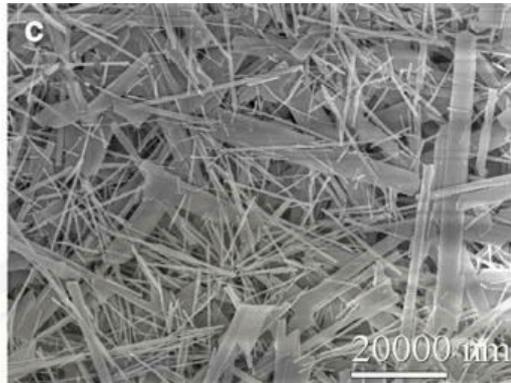
Gambar 2.2 Gambaran *Scanning Electron Microscopy* (SEM) kalsium sulfat hemihidrat (Singh & Middendorf, 2007)

2.2.1 Sifat Gypsum Tipe III

Gypsum tipe III sebagai salah satu material kedokteran gigi memiliki spesifikasi sifat tertentu. Menurut spesifikasi ADA No. 25, gypsum tipe III memiliki beberapa spesifikasi sifat meliputi waktu pengerasan, kehalusan ekspansi pengerasan, kekuatan kompresi dan Rasio W:P (Anusavice, 2003).

Reaksi pengerasan gypsum tipe III merupakan proses yang sangat berpengaruh terhadap sifat gypsum tipe III. Reaksi pengerasan terjadi oleh karena terjadi hidrasi atau penambahan molekul air seperti yang terlihat pada reaksi berikut: $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O} + 1 \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{Q}$. Saat gypsum tipe III dicampur dengan air, akan terbentuk suspensi cair dan dapat dimanipulasi. Kemudian sebagian kalsium sulfat hemihidrat akan larut membentuk larutan jenuh. Larutan jenuh ini kemudian menjadi larutan amat jenuh (*supersaturated*) sehingga mulailah tahap awal kristalisasi kalsium sulfat dihidrat.

Kristalisasi adalah proses pembentukan kristal padat. Tahap awal dari kristalisasi disebut nukleasi. Nukleasi terjadi ketika larutan telah mencapai keadaan amat jenuh. Molekul – molekul akan berkumpul membentuk *cluster* sehingga terbentuklah inti kristal. Kemudian inti kristal akan tumbuh menjadi kristal. Selanjutnya terbentuk kristal - kristal serupa jarum (Gambar 2.2) yang akan membentuk massa padat berupa material berporositas tinggi dengan permukaan dalam yang mengandung kristal *interlocking* (Anusavice, 2003; Singh & Middendorf, 2007).



Gambar 2.3 Gambaran *Scanning Electron Microscopy* (SEM) kalsium sulfat dihidrat setelah 0.5 jam reaksi (Yang *et al*, 2011)

Waktu pengerasan adalah waktu yang terentang antara mulai pengadukan sampai bahan mengeras. Menurut Spesifikasi ADA no. 25, waktu pengerasan yang dibutuhkan gipsum tipe III adalah 12 ± 4 menit. Waktu pengerasan dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu ketidakhurnian, kehalusan, rasio W:P, pengadukan dan bahan tambahan (Anusavice, 2003; Singh & Middendorf, 2007).

Ekspansi pengerasan adalah penambahan volume yang disebabkan reaksi eksotermis saat pengerasan. Ekspansi pengerasan terjadi ketika mulai terbentuk kristal - kristal dihidrat yang dilanjutkan dengan proses pertumbuhan kristal. Menurut Spesifikasi ADA no. 25, ekspansi pengerasan gipsum tipe III pada 2 jam pertama berkisar antara 0 - 0.30% (Anusavice, 2003).

Kekuatan tekan (*compressive strength*) adalah salah satu sifat mekanis material yang tercantum dalam spesifikasi ADA no.25. Sifat mekanis dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu morfologi, *impurity*, ukuran kristalit, rasio W:P dan bahan tambahan. Kekuatan tekan didefinisikan sebagai kekuatan apabila suatu benda diberi beban sedikit demi sedikit secara teratur dan sekuensial sampai menjadi patah. Menurut Spesifikasi ADA no. 25, kekuatan tekan gipsum tipe III pada satu jam pertama 20.68 Mpa (Anusavice, 2003; Singh & Middendorf, 2007).

2.3 Gipsum Tipe III Daur Ulang

Gipsum tipe III daur ulang adalah gipsum hasil daur ulang model gipsum kedokteran gigi. Model gipsum merupakan kalsium sulfat hemihidrat yang

dilarutkan dengan air sehingga menjadi kalsium sulfat dihidrat. Pada Gambar 2.1 terlihat bahwa gipsum tipe III dibuat melalui proses dehidrasi gipsum (kalsium sulfat dihidrat). Oleh karena itu limbah gipsum (kalsium sulfat dihidrat) dapat diolah kembali menjadi gipsum tipe III (kalsium sulfat hemihidrat) melalui proses dehidrasi.

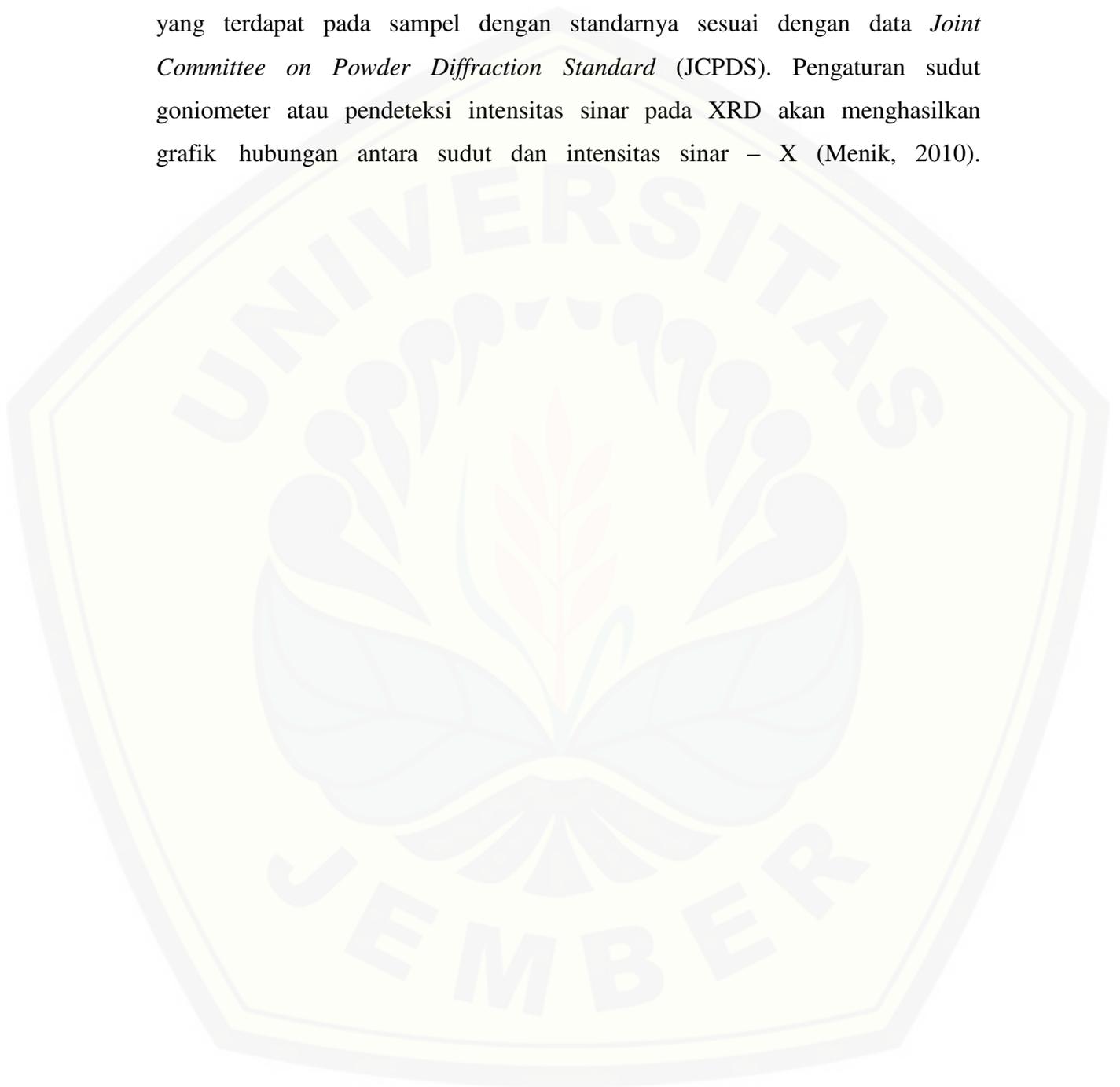
Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan uji kekuatan tekan oleh Rifa'i (2000) dan waktu *setting* Kurniawan (2012) pada gipsum tipe III daur ulang. Kurniawan (2012) menyatakan bahwa terdapat peningkatan waktu *setting* pada gipsum tipe III daur ulang. Waktu *setting* gipsum daur ulang dengan rasio W:P 0,60 adalah 3,3 menit. Rifai (2000) menyatakan bahwa kekuatan tekan hancur gipsum daur ulang berkurang. Kekuatan tekan hancur gipsum daur ulang dengan rasio W:P 0,35 adalah 7,111 kg/cm². Perbedaan ini diduga disebabkan karena penurunan kualitas gipsum pada gipsum tipe III daur ulang sehingga terjadi perbedaan dalam uji kekuatan tekan dan waktu pengerasan.

2.5 X - Ray Diffraction (XRD)

X - Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode pengujian material yang digunakan untuk identifikasi dan penentuan komposisi. Karakterisasi menggunakan metode difraksi merupakan metode analisa yang penting untuk menganalisa suatu kristal. Komponen utama XRD yaitu terdiri dari tabung katoda (tempat terbentuknya sinar - x), sampel *holder* dan detektor. Sinar - X dihasilkan melalui tabung tembaga dengan komponen lain berupa *cooler* yang digunakan untuk mendinginkan dan seperangkat komputer dan CPU (Mukhlis, 2001).

Prinsip kerja XRD yaitu sinar - X ditumbukkan pada material sehingga terjadi interaksi dengan elektron yang terdapat pada sekeliling atom. Ketika foton sinar - X bertumbukan dengan elektron, beberapa foton hasil tumbukan akan mengalami pembelokkan dari arah datang awal. XRD didasarkan pada hamburan sinar - X yang memberikan informasi distribusi elektron pada material. Difraksi sinar - X oleh elektron yang tersusun didalam

kristal akan menghasilkan pola yang berbeda tergantung pada konfigurasi elektron pembentuk kristal dan akan diperoleh informasi berupa posisi puncak. Selanjutnya sampel material ditentukan dengan membandingkan hasil yang terdapat pada sampel dengan standarnya sesuai dengan data *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Pengaturan sudut goniometer atau pendeteksi intensitas sinar pada XRD akan menghasilkan grafik hubungan antara sudut dan intensitas sinar - X (Menik, 2010).



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah observasional laboratoris.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

3.2.1 Tempat penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Ilmu Bahan dan Teknologi Kedokteran Gigi Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember, Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dan Laboratorium Sentral Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Surabaya.

3.2.2 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November - Desember 2014

3.3 Variabel Penelitian

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dari penelitian ini adalah partikel bubuk gipsum tipe III daur ulang

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dari penelitian ini adalah karakteristik gipsum tipe III daur ulang hasil interpretasi dari difraktogram XRD.

3.3.3 Variabel terkontrol

- a. Bubuk gipsum tipe III merek *Blue Dental Plaster (made in Korea)*
- b. Metode daur ulang gipsum tipe III dengan teknik pemanasan menggunakan *autoclave*

- c. Alat XRD (*X – ray diffractometer*) merek *Advanced X-Ray Diffractometer-Bruker* AXS model D8 (*made in USA*)
- d. Ukuran partikel gipsum

3.4 Definisi Operasional

3.4.1 Karakterisasi

Karakterisasi adalah suatu proses untuk menentukan karakteristik yang ditentukan menggunakan XRD. Karakteristik berupa data pola difraksi yang dicocokkan/ dibandingkan dengan standar JCPDS dan diinterpretasikan dalam beberapa karakteristik meliputi ukuran kristalit dan derajat kristalinitas.

3.4.2 Gipsum Tipe III

Gipsum tipe III adalah suatu bubuk berwarna biru yang diproduksi oleh pabrik dengan merek *Blue Dental Plaster*

3.4.3 Gipsum Tipe III Daur Ulang

Gipsum tipe III daur ulang adalah suatu bahan yang berbentuk bubuk berwarna biru hasil daur ulang (dehidrasi) dari model gipsum tipe III merek *Blue Dental Plaster* yang telah dihaluskan dengan tingkat kehalusan 100 mesh, dikeringkan dengan *oven* bersuhu 105°C selama 1 jam dan dipanaskan dengan *oven vacuum* pada suhu 110°-130° C selama 1 jam.

3.5 Sampel Penelitian

3.5.1 Kriteria sampel

- a. Sampel merupakan produk daur ulang gipsum tipe III daur ulang merek *Blue Dental Plaster*.
- b. Ukuran sampel adalah 100 mesh.
- c. Besarnya sampel adalah 5 gram.

3.6 Alat dan Bahan Penelitian

3.6.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. Mortar dan alu
- b. Ayakan merek ASTM E11 tipe ATE – 138 B mesh no. 100
- c. Oven merek Memmert UNB 400 (*made in Germany*)
- d. Oven vacuum merek Vaciotem type VC 200-47 (*made in Swiss*)
- e. Stopwatch
- f. Cetakan berupa *standart rubber*
- g. Timbangan digital merek Ohaus Adventurer type AR 1530 (*made in USA*)
- h. X – ray diffractometer merek Advanced X-Ray Diffractometer-Bruker AXS model D8 (*made in USA*)
- i. Bowel (*made in China*)
- j. Spatula (*made in China*)
- k. Vacuum mixer
- l. Gelas ukur merek pyrex asahi glass under lic

3.6.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini:

- a. Gypsum tipe III merek Blue Dental Plaster (*made in Korea*)
- b. Aquadest

3.7 Cara Kerja

3.7.1 Pembuatan Model gipsum tipe III daur ulang

- a. Membuat model gipsum tipe III
 1. Mencampurkan gipsum tipe III dengan aquadest pada bowl dengan perbandingan W:P 0.45.
 2. Mengaduk adonan gipsum dengan vacuum mixer selama 60 detik.
 3. Menuang adonan gipsum pada cetakan berupa *standart rubber*.
 4. Menunggu sampai gipsum mengeras dengan metode *loss of gloss*.

5. Mengeluarkan model gipsum dari cetakan.
- b. Menumbuk model gipsum hingga halus menggunakan mortal dan alu
- c. Mengayak bubuk gipsum hasil tumbukan dengan ayakan merek ASTM E11 tipe ATE – 138 B mesh no. 100
- d. Memanaskan bubuk gipsum dengan *oven* dengan suhu 105°C selama 1 jam.
- e. Memanaskan bubuk gipsum hasil *oven* menggunakan *oven vacuum* (autoclave) dengan suhu 110 – 130 °C selama 1 jam.
- f. Menunggu suhu gipsum sampai mencapai temperatur kamar (25°C)

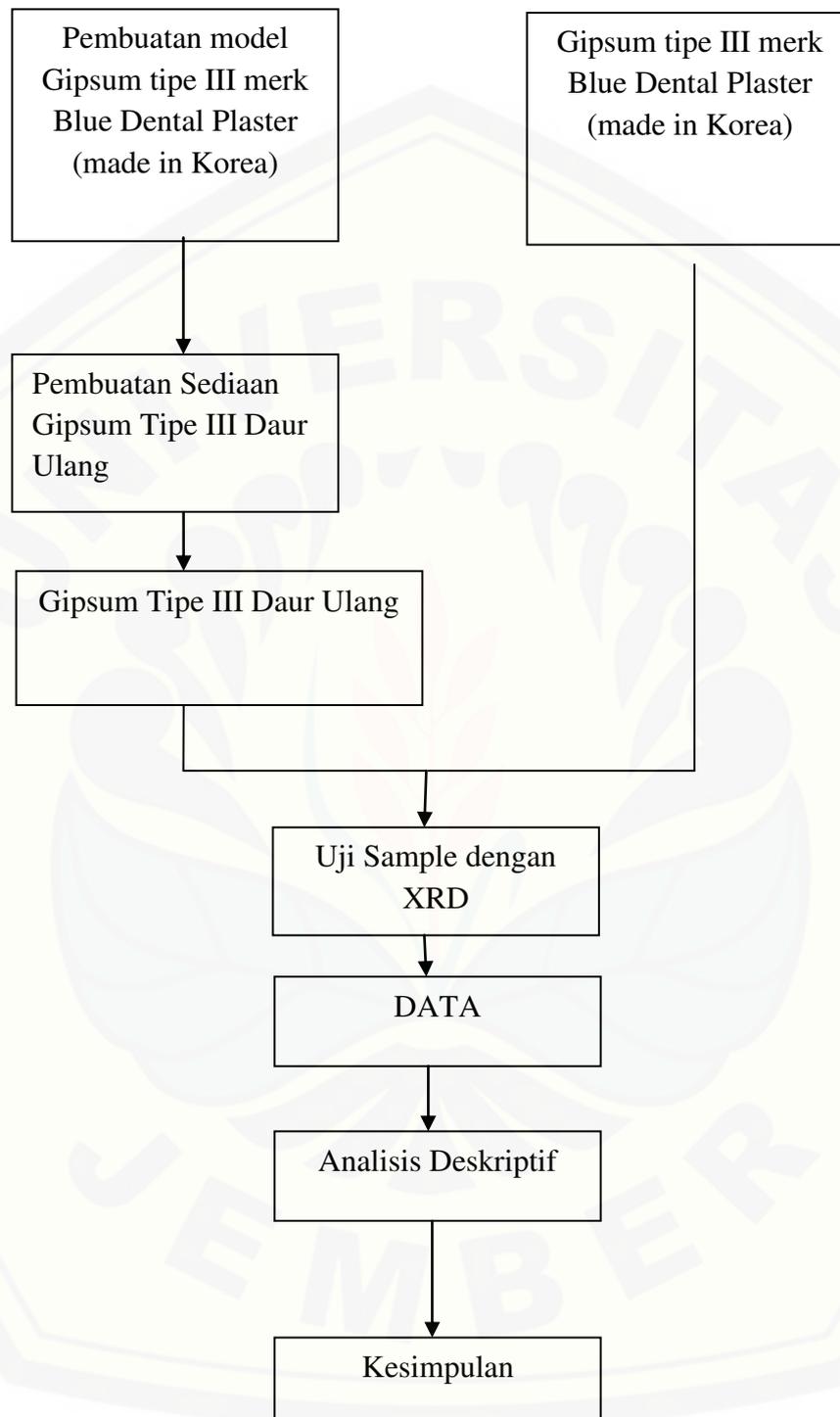
3.7.3 Karakterisasi Gipsum Tipe III Daur Ulang dengan menggunakan *X – Ray Diffraction*

- a. Memasukkan 5 gram sampel yang akan dikarakterisasi ke dalam *holder*.
- b. Mengkspose *holder* dengan sinar - X dengan logam target Cuprum (Cu) yang memiliki panjang gelombang 15.4060 Å, 40 kV, 40 mA dan sudut penyinaran 2θ dimulai dari 0° sampai 90°
- c. Selanjutnya menginterpretasikan data yang tampak pada monitor

3.8 Analisa Data

Data yang diperoleh dianalisis secara deskriptif. Analisa deskriptif bertujuan untuk memberikan gambaran umum tentang data yang diperoleh kemudian digunakan untuk menjelaskan karakteristik yang dimiliki obyek penelitian (Emzir, 2007). Pada penellitian ini dilakukan dengan mendeskripsikan difraktogram dan tabel hasil uji.

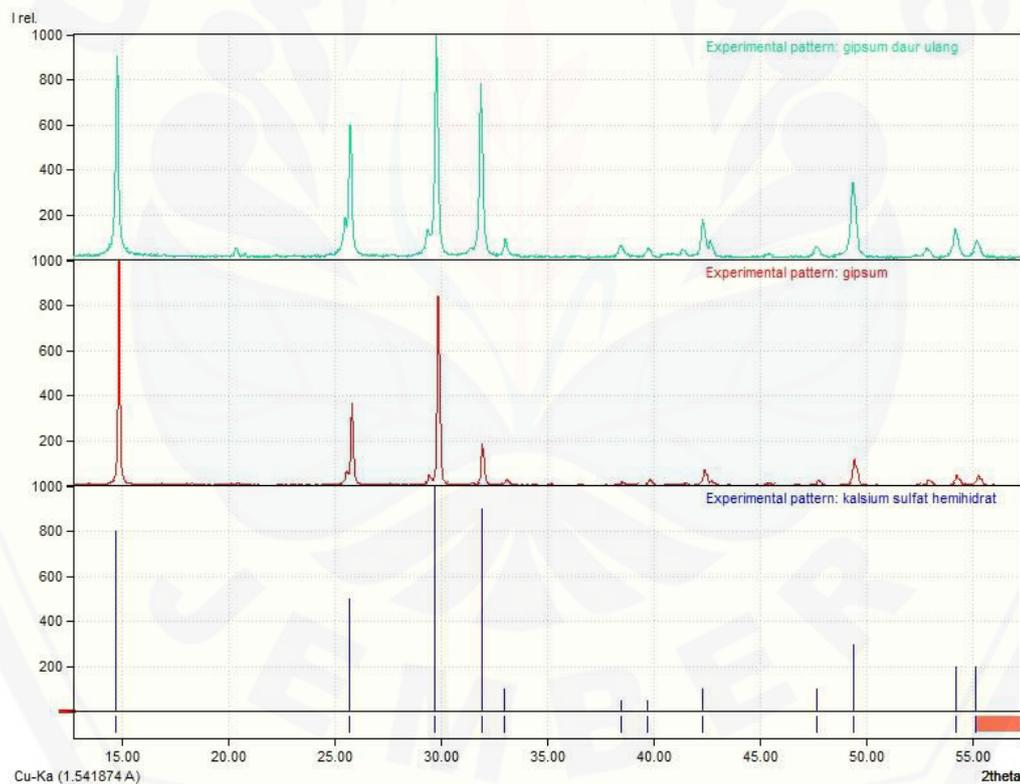
3.10 Alur Penelitian



BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Penelitian

Hasil pola XRD gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang yang dicocokkan dengan data JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310) dapat dilihat pada Gambar 4.1. Pada Tabel 4.1 tampak empat posisi puncak (*peak level*) dari difraktogram gipsum tipe III, gipsum tipe III daur ulang serta JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310). Empat puncak utama ini mewakili bidang tiga dimensi kristal ($h k l$) yang diperoleh dari hasil pencocokan dengan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310).



Gambar 4.1 Difraktogram hasil karakterisasi gipsum tipe III daur ulang, gipsum tipe III dan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310). Difraktogram menunjukkan bahwa gipsum tipe III daur ulang memiliki pola puncak yang identik dengan gipsum tipe III dan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33 – 310).

Tabel 4.1 Posisi puncak (*peak*) gipsum tipe III, gipsum tipe III daur ulang dan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat 33 – 310.

	Bidang Kristal (h k l)			
	(101)	(202)	(141)	(143)
Gipsum Tipe III	14.75	29.75	31.82	49.3
Gipsum Tipe III Daur Ulang	14.73	29.73	31.81	49.29
JCPDS 33-310	14.75	29.70	31.85	49.30

Tabel 4.2 menyajikan data intensitas gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang. Terlihat perbedaan intensitas antara gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang. Tabel 4.3 memperlihatkan ukuran kristalit gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang berdasarkan perhitungan dengan rumus *scherrer*. Terlihat bahwa gipsum tipe III daur ulang memiliki ukuran kristalit yang lebih kecil dibandingkan gipsum tipe III. Tabel 4.4 menampilkan data FWHM (*Full Width-Half Maximum*) dan intensitas pada bidang kristal dengan puncak tertinggi yaitu bidang kristal (202).

Tabel 4.2 Intensitas *peak* gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang

	Bidang Kristal (h k l)			
	(101)	(202)	(141)	(143)
Gipsum Tipe III	1459.12	1496.04	354.25	347.65
Gipsum tipe III Daur Ulang	794.89	1284.14	1028.9	714.31

Tabel 4.3 Tabel FWHM dan intensitas pada bidang Kristal dengan puncak tertinggi (202)

	FWHM	Intensitas
Gipsum Tipe III	0.0865	1496.04
Gipsum tipe III daur ulang	0.1311	1284.14

Tabel 4.4 Tabel ukuran kristal gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang

	Ukuran kristal (nm)
Gipsum Tipe III	14.8
Gipsum tipe III daur ulang	11.36

4.2 Pembahasan

Difraktogram gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang memiliki posisi puncak (*peak level*) dan pola yang identik jika dibandingkan dengan standart JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-130) (Gambar 4.1). Posisi empat puncak utama menunjukkan bahwa puncak berada pada sudut yang identik (Tabel 4.1). Posisi puncak yang identik disebabkan karena memiliki komposisi kimia yang identik (Inoe & Izumi, 2013). Hal ini menunjukkan bahwa proses daur ulang gipsum tipe III pada penelitian ini dapat menghasilkan senyawa yang sesuai yaitu kalsium sulfat hemihidrat. Pada lampiran tersaji data puncak difraksi gipsum tipe III daur ulang secara lengkap. Meskipun puncak utama identik, namun terdapat puncak dengan intensitas rendah yang tidak sesuai dengan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310). Puncak ini mengindikasikan bahwa terbentuk juga senyawa lain akibat proses pemanasan sehingga dapat dikatakan bahwa gipsum tipe III daur ulang yang terbentuk memiliki ketidakmurnian. Menurut Lestari (2015), terjadi perubahan karakteristik fisikokimia pada gipsum tipe III daur ulang berupa adanya gugus fungsi yang tidak muncul yaitu C - H alkena dan C - H cincin aromatic serta munculnya pengotor N - H amida pada gipsum tipe III daur ulang. Perlu analisis dengan XRF (*X - Ray Fluorescence*) untuk mengetahui lebih lanjut senyawa lain yang terbentuk.

Terdapat perbedaan intensitas dari gipsum Tipe III dengan gipsum tipe III daur ulang (Tabel 4.2). Pada bidang kristal (101) dan (202) gipsum tipe III daur ulang memiliki intensitas lebih rendah dibandingkan gipsum tipe III. Sedangkan pada bidang kristal (141) dan (143) gipsum tipe III daur ulang memiliki intensitas yang lebih tinggi. Perbedaan ini dimungkinkan karena terdapat perbedaan morfologi kristal. Morfologi Kristal dapat berbeda oleh karena kondisi reaksi dalam hal ini proses dehidrasi yang menyebabkan perubahan bentuk kristal (*crystal habit*). Perubahan bentuk kristal (*crystal habit*) yang meliputi permukaan kristal (*crystal face*) dapat menyebabkan perbedaan intensitas dari masing masing puncak difraksi (Inoe & Izumi, 2013).

Dari difraktogram dapat diperkirakan nilai derajat kristalinitas. Derajat kristalinitas dilihat dengan membandingkan FWHM pada puncak difraksi gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang. Puncak yang dimaksud adalah puncak dengan intensitas paling tinggi (Inoe & Izumi, 2013). Semakin tinggi intensitas puncak dan semakin sempit puncak maka semakin tinggi derajat kristalinitas (Ningsih *et al*, 2014). Pada difraktogram gipsum tipe III dan gipsum tipe III daur ulang puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada bidang kristal (2 0 2). Sedangkan besar FWHM didapatkan dari data difraktogram yang diolah menggunakan aplikasi Match!

Gipsum tipe III menunjukkan intensitas yang lebih tinggi dan FWHM yang lebih sempit bila dibandingkan gipsum tipe III daur ulang. Hal ini menunjukkan bahwa gipsum tipe III memiliki derajat kristalinitas yang lebih tinggi daripada gipsum tipe III daur ulang (Tabel 4.3). Derajat kristalinitas gipsum tipe III daur ulang yang lebih rendah daripada gipsum tipe III daur ulang diduga disebabkan oleh proses dehidrasi dalam hal ini proses pemanasan. Pemanasan yang bertujuan untuk mengilangkan 1.5 molekul H₂O menyebabkan perubahan struktur sehingga kristalinitas menjadi lebih rendah (Mandal & Mandal, 2002).

Dari difraktogram juga dapat ditentukan ukuran kristalit dari material. Ukuran kristalit didapatkan dengan perhitungan menggunakan rumus scherrer (Monshi *et al*, 2012). Ukuran kristalit gipsum tipe III lebih besar daripada gipsum tipe III daur ulang (Tabel 4.4). Hal ini diduga disebabkan oleh karena proses pemanasan.

Fu *et al* (2008) menyatakan bahwa ukuran kristalit yang lebih kecil memberikan kekuatan yang lebih besar. Hal ini disebabkan ukuran kristalit yang lebih kecil mempunyai total luas permukaan yang lebih besar sehingga tekanan dapat diteruskan dengan lebih efisien dan menyebabkan kekuatannya lebih besar. Veprek (1997) menyatakan bahwa penurunan ukuran kristalit sebesar 1 – 2 nm saja akan menyebabkan perubahan sifat mekanis. Pada penelitian ini didapatkan bahwa gipsum tipe III daur ulang memiliki ukuran kristalit yang lebih kecil 3.44 nm bila dibandingkan dengan gipsum tipe III. Ukuran kristalit yang lebih kecil seharusnya memberikan sifat mekanis yang lebih tinggi. Tetapi pada penelitian

sebelumnya (Rifa'i, 2000), gipsum tipe III daur ulang memiliki sifat mekanis yang lebih rendah dari pada gipsum tipe III. Ketidaksesuaian ini dimungkinkan oleh karena sifat mekanis suatu material tidak hanya dipengaruhi oleh ukuran kristalit saja namun juga dipengaruhi faktor lain. Faktor lain yang dapat berpengaruh terhadap penurunan kekuatan material adalah ketidakhomogenitas, morfologi dan derajat kristalinitas. Seperti yang telah dibahas sebelumnya bahwa terdapat perbedaan antara gipsum tipe III daur ulang pada ketiga faktor tersebut. Perbedaan pada ketiga faktor tersebut diduga menjadi penyebab penurunan sifat mekanis pada penelitian sebelumnya (Rifa'i, 2000). Ketidakhomogenitas ditandai dengan adanya puncak berintensitas rendah yang tidak sesuai dengan JCPDS kalsium sulfat hemihidrat. Ketidakhomogenitas bisa mempengaruhi perubahan adhesi antara partikel dan matriks yang terjadi ketika proses hidrasi sehingga kekuatan gipsum tipe III daur ulang menjadi lebih rendah (Fu *et al*, 2008). Gipsum tipe III daur ulang memiliki derajat kristalinitas yang lebih rendah dibanding gipsum tipe III. Menurut Herliansyah *et al* (2012), semakin tinggi derajat kristalinitas maka semakin tinggi pula kekuatan mekanis dari sebuah material. Hal ini menandakan bahwa derajat kristalinitas gipsum tipe III daur ulang yang rendah diduga menjadi penyebab menurunnya kekuatan mekanis pada penelitian sebelumnya. Perbedaan morfologi yang ditandai dengan perbedaan intensitas (Tabel 4.2) diduga juga menjadi penyebab penurunan sifat mekanis. Singh & Middendorf (2007) menyatakan bahwa perbedaan morfologi dapat mempengaruhi sifat mekanis oleh karena berpengaruh terhadap pertautan antar kristal dan interaksi antar kristal.

Penelitian sebelumnya menyatakan bahwa gipsum tipe III daur ulang mengalami peningkatan waktu pengerasan (Kurniawan, 2012). Waktu pengerasan sangat berkaitan dengan proses kristalisasi gipsum tipe III. Singh & Middendorf (2007) menyatakan bahwa proses kristalisasi gipsum tipe III dipengaruhi oleh banyak faktor seperti saturasi larutan, kemurnian, daerah permukaan kristal, suhu, rasio W:P, bahan tambahan dan lain lain. Pada penelitian ini didapat perbedaan kemurnian dan morfologi yang dapat berpengaruh terhadap daerah permukaan kristal. Perbedaan inilah yang diduga menjadi penyebab peningkatan waktu pengerasan pada gipsum tipe III daur ulang.

Dari hasil didapatkan beberapa perubahan yang diduga oleh karena proses pemanasan. Pemanasan merupakan proses utama dalam proses daur ulang gipsum tipe III. Pemanasan bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam gipsum (Anusavice, 2003). Beberapa faktor yang berperan dalam pemanasan antara lain temperatur, waktu dan jenis alat. Terdapat literatur menyebutkan beberapa temperatur pemanasan yang digunakan pada proses pemanasan kalsium sulfat dihidrat menjadi kalsium sulfat hemihidrat. Anusavice (2003) menyatakan bahwa digunakan temperatur pemanasan $110 - 120^{\circ}\text{C}$. Yang *et al* (2010) menyatakan bahwa digunakan temperatur pemanasan $90 - 150^{\circ}$. Chang *et al* (1999) menyatakan bahwa digunakan temperatur pemanasan $118 - 142^{\circ}\text{C}$. Pada penelitian ini digunakan dua kali pemanasan. Pemanasan pertama dengan temperatur 105° . Pemanasan kedua dengan *autoclave* dengan temperatur 121°C . Pemanasan pada temperatur ini diduga belum optimal oleh karena terdapat ketidakmurnian dari gipsum tipe III daur ulang. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan temperatur pemanasan yang optimal sehingga didapat gipsum tipe III daur ulang dengan sifat yang lebih baik. Waktu pemanasan juga berperan dalam proses daur ulang gipsum tipe III. Waktu pemanasan yang lebih lama akan menyebabkan ukuran kristalit yang lebih kecil dan hilangnya air secara optimal. Selain temperatur dan waktu, perlu juga dipertimbangkan jenis alat pemanas lain. Hal ini disebabkan karena *autoclave* tidak memungkinkan dilakukan pemanasan dengan cara diputar sehingga pemanasan tidak merata pada seluruh permukaan bubuk gipsum (Amun, 2007).

BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Gypsum tipe III daur ulang memiliki karakteristik yang hampir sama dengan gypsum tipe III maupun standar JCPDS kalsium sulfat hemihidrat (33-310).
2. Terdapat *impurity*, perbedaan ukuran kristalit dan derajat kristalinitas yang diduga menjadi penyebab perubahan sifat-sifat gypsum tipe III daur ulang yang berupa waktu pengerasan gypsum daur ulang lebih cepat dan kekuatan tekan hancur gypsum berkurang.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan saran yang dapat diberikan adalah sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan pengujian lebih lanjut untuk meningkatkan kualitas gypsum tipe III daur ulang dengan merubah suhu pemanasan dan memperpanjang waktu pemanasan.
2. Perlu dilakukan pengujian lebih lanjut untuk pemanasan yang merata pada seluruh permukaan bubuk gypsum tipe III daur ulang merek Blue Dental Plaster dengan menggunakan *oven* vakum (*autocalve*) yang diputar.
3. Perlu dilakukan uji-uji karakterisasi yang lain seperti *Scanning Electron Microscope* (SEM), *X-Ray Fluorescence* (XRF) atau *Atomic Absorbtion 25 Spectrophotometry* (AAS) untuk mengetahui karakteristik gypsum tipe III daur ulang merek *Blue Dental Plaster*.
4. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan metode pemanasan atau suhu pemanasan yang lain untuk menghindari terbentuknya *impurity*.

DAFTAR PUSTAKA

- Amun A, Amrina, Edy S, Panca S, & Anita K. 2007. Pengaruh Suhu dan Ukuran Butir terhadap Kalsinasi Batu Gamping Kab. Agam pada Proses Pembuatan Kapur Tohor. *J Saintek*. 6(1): 10-13.
- Anusavice, K. J. 2003. *Philips: Buku Ajar Ilmu Bahan Kedokteran Gigi*. Jakarta: EGC.
- Chang, H. *et al.* 1999. Application of Thermo-Raman Spectroscopy to Study Dehydration of $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$. *Mater Chem Phys*. 58: 12 – 19.
- Combe, E.C. 1992. *Sari Dental Material*, Alih Bahasa : Slamet Tarigan. Judul Asli : *Notes on Dental Materials* (1986). Jakarta : Balai Pustaka.
- Ekosse, G.E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray powder Diffractometry as Complementary Technique in characterizing Clay size fraction of Kaolin. *J. Appl. Sci. Enviro*. 9 (2): 43-48 .
- Emzir. 2007. *Metodologi Penelitian Kuantitatif Dan Kualitatif*. Jakarta : PT Raja Grafindo Persada.
- Fu, Shao – Yun *et al.* 2008. Effects of Particle Size, Particle/Matrix Interface Adhesion and Particle Loading on Mechanical Properties of Particulate-Polymer Composites. *Composites: Part B Engineering*. 39: 933-961.
- Herliansyah, Muzafar & Tontowi. 2012. Natural Bioceramics Bone Graft: A Comparative Study of Calcite Hydroxyapatite, Gypsum Hydroxyapatite, Bovine Hydroxyapatite and Cuttlefish Shell Hydroxyapatite. *Proceeding of The Asia Pasific Industrial Engineering & Management System Conference*.
- Guyton & Hall. 2007. *Buku Ajar Fisiologi Kedokteran*. Jakarta: EGC Medical Publisher.
- Inoue, Mikiyasu & Hirasawa, Izumi. 2013. The Relationship Between Crystal Morphology and XRD Peak Intensity in $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *J. Crystal Growth*. 380: 169 – 175.
- Ko, *et al.* 1995. The Transition From Weakening to Strengthening in Dehydrating Gypsum: Evolution of Excess Pore Pressure. *Geophysic. Res. Letters*. 22: 1009 – 1012.

- Kurniawan, A. 2012. *Perbandingan Waktu Setting Gypsum Daur Ulang Tipe III Dengan Menggunakan Gypsum Tipe III Merek3L(Germany)*. Jember: Universitas Jember.
- Larastika, W. 2011. *Studi Awal Karakterisasi dan Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) di Universitas Indonesia (Studi Kasus: Beberapa Laboratorium di FT, FMIPA, FK dan FKG)*. Depok: Universitas Indonesia.
- Mandal, P.K & Mandal,T.K. 2002. Anion Water in Gypsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) and Hemyhydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$). *Cement Concrete Res.* 32:313-316.
- Menik, S. 2010. Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD & X-Ray Physic Basic Unit. *Jurnal Neutrino.* 3 (1): 32-43.
- Monshi, A. *et al.* 2012. Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD. *J. Nano. Sci. Eng.* 2: 154 – 160.
- Mukhlis Akhadi. 2001. *Napak Tilas 106 Tahun Perjalanan Sinar-X*. Jakarta: PKRBNBATAN.
- Ningsih, R. P., Wahyuni, N., Destiarti, L. 2014. Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) dengan variasi waktu pengadukan. *JKK.* 3 (1): 22-26.
- Phillips, R. 1991. *Elements of Dental Materials*. 4th Ed. Tokyo. WB Saunders Company.
- Rifai, H. 2000. *Kekuatan Tekan Hancur Gips Keras Hasil dari Daur Ulang*. Jember: Universitas Jember.
- Rutherford, P. M., Dudas, M. J., Samek, R. A. 1994. Enviromental Impacts of Phosphogypsum. *Sci. Total Enviro.* 149: 1 – 38.
- Singh, N. B & Middendorf, B. 2007. Calcium Sulphate Hemihydrate Hydration Leading to Gypsum Crystallization. *Progress Crystal Growth Character. of Mater.* 53:57-77.
- Tayibi, H. *et al.* 2009. Enviromental Impact and Management of Phosphogypsum. *J.Enviro.Management.* 90: 2377 – 2386.
- Veprek, Stan. 1997. Electronic and Mechanical Properties of Nanocrystalline Composite when Approaching Molecular size. *Thin Solid Films.* 297: 145 – 153.
- Yang *et al.* 2010. Process for Preparing Alpha Calcium Sulphate Hemihydrate. *Patent Application Publication*. United States.

Yang, Li-Xia *et al.* 2011. Shape Control Synthesis of Low – Dimensional Calcium Sulphate. *Bull. Mater. Sci.* 34 (2): 233-237.



Lampiran A

Data Difraktogram Gypsum Tipe III Daur Ulang, Gypsum Tipe III Dengan JCPDS Kalsium Sulfat Hemihidrat (33-310)

1. Tabel Difraktogram Gypsum Tipe III Daur Ulang, Dengan JCPDS Kalsium Sulfat Hemihidrat (33-310)

JCPDS 33-310			Gypsum Tipe III Daur Ulang			
2 theta	int-f		2 theta	Intensity	FWHM	
14.75	70.00	*	14.05	16.30	0.1166	
20.35	4.00	*	14.16	19.40	0.1166	
20.72	2.00		14.73	794.89	0.1166	*
22.68	1.00		15.35	21.99	0.1166	
23.23	1.00		20.33	50.25	0.1282	*
24.26	1.00		25.07	22.31	0.1166	
25.66	55.00	*	25.43	158.65	0.1166	
27.64	1.00		25.68	582.34	0.1166	*
29.34	15.00	*	25.99	27.17	0.1166	
29.70	100.00	*	29.32	237.73	0.2495	*
31.85	85.00	*	29.73	1248.14	0.1311	*
32.94	8.00	*	30.00	15.10	0.0776	
34.24	<1		30.19	13.62	0.0777	
34.88	<1		30.93	26.72	0.2089	
38.39	6.00	*	31.21	6.47	0.1937	
39.62	5.00	*	31.34	62.94	0.2194	
40.45	2.00	*	31.81	1028.90	0.1314	*
41.30	4.00	*	32.10	50.80	0.2342	
42.21	20.00	*	32.28	3.93	0.0951	
42.67	8.00	*	32.97	110.02	0.1418	*
44.65	<1		33.17	9.95	0.0732	
45.21	2.00		38.39	93.80	0.1861	*
46.43	1.00		38.62	30.44	0.3109	
47.59	8.00	*	39.69	77.77	0.2082	*
49.30	55.00	*	40.42	20.27	0.1421	*
52.68	6.00	*	40.62	11.66	0.0593	
54.10	14.00	*	40.81	31.74	0.2371	
55.03	9.00	*	41.31	42.88	0.143	*
57.08	1.00		41.43	25.22	0.3109	

58.40	<1		42.45	256.11	0.1465	*
59.17	1.00		42.61	105.88	0.1553	*
60.25	1.00		47.58	100.13	0.1963	*
60.84	1.00	*	48.54	49.27	0.272	
61.64	<1		49.29	714.31	0.2172	*
62.95	3.00	*	49.72	0.00	0.1289	
63.60	<1		52.77	98.03	0.2207	*
			54.11	257.01	0.189	*
			54.42	7.45	0.1231	
			55.11	169.91	0.2158	*
			60.13	53.07	0.3189	
			60.80	44.43	0.3206	*
			62.97	71.32	0.2713	*
			64.40	48.62	0.2009	
			72.03	38.40	0.2203	
			73.53	121.28	0.2575	
			75.11	98.92	0.2832	
			76.41	86.56	0.3109	
			78.90	18.60	0.1166	
			83.59	20.81	0.1166	
			91.18	21.32	0.1166	
			92.23	19.19	0.1166	

2. Data difraktogram Gypsum Tipe III dengan Gypsum Tipe III Daur Ulang

Gypsum Tipe III			Gypsum Tipe III Daur Ulang				
2 theta	Intensity	FWHM		2 theta	Intensity	FWHM	
14.34	24.66	0.1554		14.05	16.30	0.1166	
14.75	1459.12	0.0847	*	14.16	19.40	0.1166	
14.93	0	0.0322		14.73	794.89	0.1166	*
20.33	25.91	0.1244	*	15.35	21.99	0.1166	
25.45	113.43	0.1242	*	20.33	50.25	0.1282	*
25.69	673.5	0.0972	*	25.07	22.31	0.1166	
29.32	85.46	0.115	*	25.43	158.65	0.1166	*
29.75	1496.04	0.0865	*	25.68	582.34	0.1166	*
31.82	354.25	0.0974	*	25.99	27.17	0.1166	
32.98	52.15	0.105	*	29.32	237.73	0.2495	*
38.38	37.46	0.1408	*	29.73	1248.14	0.1311	*
39.70	61.5	0.1255	*	30.00	15.10	0.0776	
41.33	33.45	0.1729	*	30.19	13.62	0.0777	
42.26	169.21	0.1262	*	30.93	26.72	0.2089	
42.60	50.15	0.1544	*	31.21	6.47	0.1937	
45.30	35.57	0.1496		31.34	62.94	0.2194	

47.60	71.96	0.1509	*	31.81	1028.90	0.1314	*
49.30	347.65	0.1544	*	32.10	50.80	0.2342	
52.79	75.69	0.1455	*	32.28	3.93	0.0951	
54.11	123.11	0.1286	*	32.97	110.02	0.1418	*
55.12	126.43	0.1385	*	33.17	9.95	0.0732	
62.96	39.37	0.1964	*	38.39	93.80	0.1861	*
72.04	43.25	0.1764		38.62	30.44	0.3109	
72.51	50.22	0.1975		39.69	77.77	0.2082	*
75.10	54.38	0.1982	*	40.42	20.27	0.1421	
78.98	32.08	0.2071	*	40.62	11.66	0.0593	
83.62	14.15	0.0777	*	40.81	31.74	0.2371	
91.17	12.56	0.0777	*	41.31	42.88	0.143	*
				41.43	25.22	0.3109	
				42.45	256.11	0.1465	*
				42.61	105.88	0.1553	*
				47.58	100.13	0.1963	*
				48.54	49.27	0.272	
				49.29	714.31	0.2172	*
				49.72	0.00	0.1289	
				52.77	98.03	0.2207	*
				54.11	257.01	0.189	*
				54.42	7.45	0.1231	
				55.11	169.91	0.2158	*
				60.13	53.07	0.3189	
				60.80	44.43	0.3206	
				62.97	71.32	0.2713	*
				64.40	48.62	0.2009	
				72.03	38.40	0.2203	
				73.53	121.28	0.2575	
				75.11	98.92	0.2832	*
				76.41	86.56	0.3109	
				78.90	18.60	0.1166	*
				83.59	20.81	0.1166	*
				91.18	21.32	0.1166	*
				92.23	19.19	0.1166	

Catatan: Tanda * menyatakan puncak difraksi yang sama

Lampiran B

Perhitungan Ukuran Kristalit

Rumus perhitungan ukuran kristalit *scherrer* dinyatakan dalam rumus dibawah ini:

$$D = \frac{K \times \lambda}{\beta \times \cos\theta}$$

Dimana:

D = ukuran kristal (nm)

K = faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

λ = panjang gelombang dari sinar-X (1,540598 Å)

β = nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

θ = sudut difraksi (°)

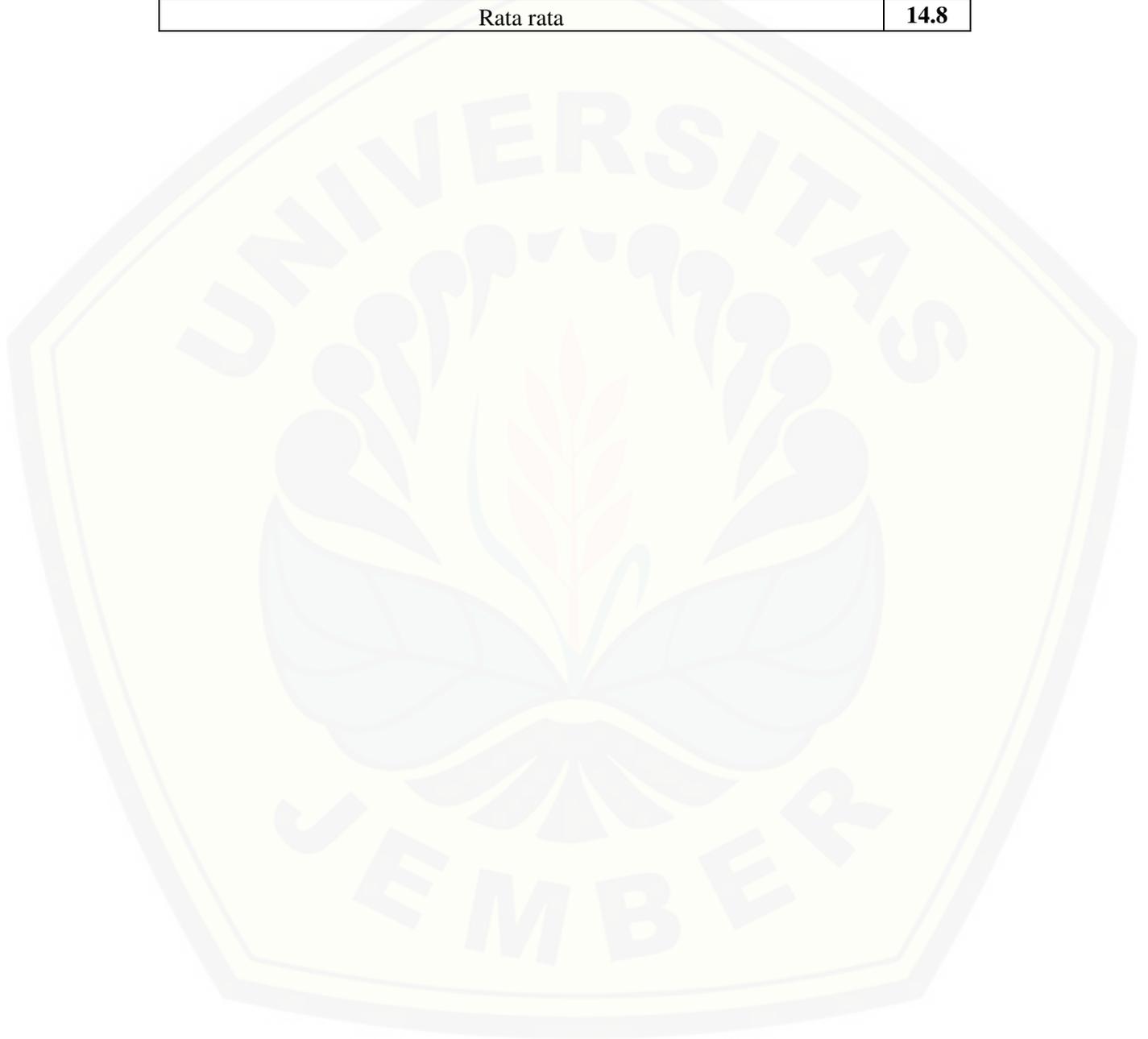
Tabel 1. Tabel Perhitungan Ukuran Kristalit Gypsum Tipe III Daur Ulang

Perhitungan Ukuran Kristalit (D)							
2θ (°)	FWHM (rad)	K (0,9-1)	λ (Å)	β (rad)	θ (°)	cos θ	D (nm)
14.73	0.1166	1	1.540598	0.1166	7.365	0.99175	13.32
25.43	0.1166	1	1.540598	0.1166	12.715	0.97548	13.54
25.68	0.1166	1	1.540598	0.1166	12.84	0.97499	13.55
29.32	0.2495	1	1.540598	0.2495	14.66	0.96749	6.382
29.73	0.1311	1	1.540598	0.1311	14.865	0.96653	12.16
31.81	0.1314	1	1.540598	0.1314	15.905	0.96172	12.19
42.24	0.1165	1	1.540598	0.1165	21.12	0.93283	14.18
49.28	0.2172	1	1.540598	0.2172	24.64	0.90895	7.804
54.11	0.189	1	1.540598	0.189	27.055	0.89057	9.153
Rata rata							11.36

Tabel 2

Perhitungan Ukuran Kristalit (D)							
2θ (°)	FWHM (rad)	K (0,9-1)	λ (Å)	β (rad)	θ (°)	cos θ	D (nm)
14.75	0.0847	1	1.540598	0.0847	7.375	0.99173	18.34
25.45	0.1242	1	1.540598	0.1242	12.725	0.97544	12.72
25.69	0.0972	1	1.540598	0.0972	12.845	0.97497	16.26

29.32	0.115	1	1.540598	0.115	14.66	0.96744	13.85
29.75	0.0865	1	1.540598	0.0865	14.875	0.96649	18.43
31.82	0.0865	1	1.540598	0.0865	15.91	0.96169	18.52
42.26	0.1544	1	1.540598	0.1544	21.13	0.93276	10.7
49.3	0.1544	1	1.540598	0.1544	24.65	0.90887	10.98
54.11	0.1286	1	1.540598	0.1286	27.055	0.89057	13.45
Rata rata							14.8



Lampiran C

Foto Alat dan Bahan Penelitian

3.5.1.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- A. Mortar dan alu
- B. Ayakan merek ASTM E11 tipe ATE – 138 B mesh no. 100
- C. *Oven* merek *Memmert UNB 400 (made in Germany)*
- D. *Oven* vacuum merek *Vaciotem type VC 200-47 (made in Swiss)*
- E. Stopwatch
- F. Cetakan rubber model standart
- G. Timbangan digital merek *Ohaus Adventurer type AR 1530 (made in USA)*
- H. *X – ray diffractometer* merek *Bruker*
- I. *Bowl*
- J. *Spatula*
- K. *Vacuum mixer*
- L. Gelas ukur merek *pyrex asahi glass under lic*

3.5.1.2 Bahan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini:

- A. Gypsum tipe III merek Blue Dental Plaster (made in Korea)
- B. *Aquadest*

3.5.1.2.1.1.1 Alat Penelitian



A



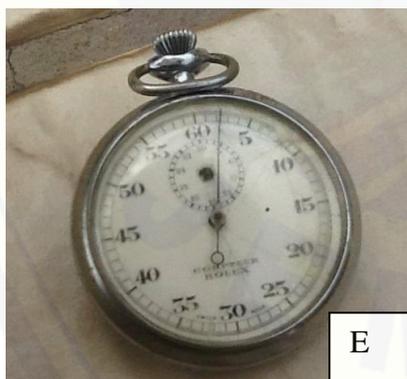
B



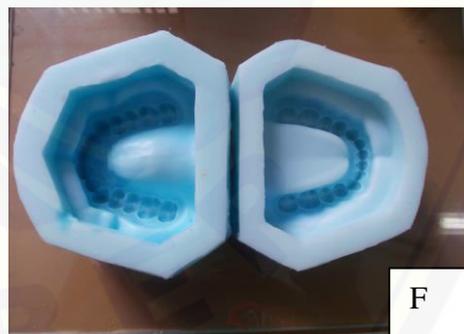
C



D



E



F



3.5.1.2.1.1.2 Bahan penelitian

