



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROXIAPATIT DARI LIMBAH
GIPSUM KEDOKTERAN GIGI TIPE III**

SKRIPSI

Oleh

Yusron Haries

NIM 121610101010

**FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI
UNIVERSITAS JEMBER**

2015



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI LIMBAH
GIPSUM KEDOKTERAN GIGI TIPE III**

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

Yusron Haries

NIM 121610101010

**FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI
UNIVERSITAS JEMBER**

2015

PERSEMBAHAN

Karya tulis ini saya persembahkan untuk:

1. Bangsa Indonesia;
2. Ibunda Yuliati Ningsih dan Ayahanda Moh. Jamal yang saya cintai;
3. Dosen Pembimbing dan dosen penguji yang selalu saya jadikan panutan;
4. Team HA Dental Gypsum 2015;
5. Guru-guruku sejak SD sampai dengan perguruan tinggi yang saya banggakan;
6. Almamater Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

MOTTO

“Sesungguhnya urusan-Nya apabila Dia (Allah) menghendaki sesuatu Dia hanya berkata , Jadilah! Maka jadilah sesuatu itu.”

(Q.S Yasin ayat 82)*

“Wahai orang-orang yang beriman! Bersabarlah kamu dan kuatkanlah kesabaranmu dan tetaplah bersiap-siaga dan bertakwalah kepada Allah agar kamu beruntung.”

(Q.S Al Imran ayat 200)**

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari satu urusan), tetaplah bekerja keras. Dan kepada Tuhanmulah engkau berharap”

(Q.S Al Insyirah ayat 6, 7 dan 8)***

*) Q.S Yasin ayat 82

**) Q.S Al Imran ayat 200

***) Q.S Al Insyirah ayat 6, 7 dan 8

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Yusron Haries

NIM : 121610101010

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Gypsum Kedokteran Gigi Tipe III” adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya plagiasi. 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 manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 15 Desember 2015

Yang menyatakan,

Yusron Haries

NIM. 121610101010

SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI LIMBAH
GIPSUM KEDOKTERAN GIGI TIPE III**

Oleh

Yusron Haries

NIM 121610101010

Dosen Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dr. FX Ady Soesetijo, drg., Sp.Prof

Dosen Pembimbing Pendamping : drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MDSc

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Gypsum Kedokteran Gigi Tipe III” telah diuji dan disahkan pada:

Hari, tanggal : Jum’at, 20 November 2015

Tempat : Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember

Dosen Penguji Utama

Dosen Penguji Anggota

drg. Lusi Hidayati M.Kes.
NIP 197404152005012002

drg. Zainul Cholid Sp.BM.
NIP 197105141998021001

Dosen Pembimbing Utama

Dosen Pembimbing Anggota

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

drg. Hengky Bowo Ardianto, MDSc
NIP 197905052005011005

Mengesahkan

Dekan Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember,

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

NIP 196901121996011001

RINGKASAN

Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Gypsum Kedokteran Gigi Tipe III; Yusron Haries; 121610101010; 2015; 80 halaman; Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

Hidroksiapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan salah satu bahan *bone graft* yang sering digunakan karena memiliki gambaran yang identik dengan tulang, memiliki sifat biokompatibel, osteokonduktif, osteoinduktif dan osteointegrasi. Hidroksiapatit dapat diperoleh secara alami dari berbagai sumber, salah satunya yaitu berasal dari gipsum. Gipsum tipe III ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) sangat sering digunakan di bidang kedokteran gigi sebagai bahan reproduksi hasil cetakan menjadi model kerja, dimana setelah tidak terpakai akan menjadi limbah. Berdasarkan reaksinya, gipsum yang bersifat reversibel sehingga dengan metode hidrotermal memiliki potensi untuk disintesis sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit. Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesa hidroksiapatit dari limbah model gipsum kedokteran gigi tipe III dengan metode hidrotermal dan dilakukan karakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform- Infra Red spectroscopy*), XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Sampel yang berupa serbuk gipsum diperoleh dari limbah model gipsum kedokteran gigi tipe III durasi penyimpanan 1 tahun dan 3 tahun. Sampel yang diperoleh disintesis dengan cara metode hidrotermal untuk menghasilkan hidroksiapatit. Hasil dari sintesis selanjutnya dilakukan uji statistik dan dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan SEM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa jumlah produk hidroksiapatit sintesis dari kelompok hidroksiapatit-DGIII 0 tahun lebih tinggi dari pada jumlah hasil hidroksiapatit-DGIII 1 tahun dan hidroksiapatit-DGIII 3 tahun ($p < 0,05$). Hasil karakterisasi FTIR, XRD dan SEM menunjukkan karakterisasi yang identik antara hidroksiapatit-DGIII 1 tahun, hidroksiapatit-DGIII 3 tahun dan hidroksiapatit-DGIII 0 tahun dibandingkan dengan HAp 200 dan JCPDS (9-432). Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa hidroksiapatit-DGIII 1 tahun, hidroksiapatit-DGIII 3 tahun ataupun hidroksiapatit-DGIII 0 tahun dengan karakterisasi termurni pada hidroksiapatit-DGIII 3 tahun.

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala anugerah dan rahmatnya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Gypsum Kedokteran Gigi Tipe III”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan dan bimbingan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terimakasih kepada :

1. Gusti Allah SWT atas berkat rahmatNya saya dapat menyelesaikan skripsi ini;
2. drg. Rahardyan Parnaadji, M. Kes. Sp. Pros, selaku Dekan Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember;
3. Dr. FX Ady Soesetijo, drg., Sp. Pros, selaku Dosen Pembimbing Utama yang telah memberikan bimbingan, saran, motivasi, meluangkan waktunya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan;
4. drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MDSc, selaku Dosen Pembimbing Pendamping dan Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan, saran, motivasi, meluangkan waktunya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan, serta melibatkan penulis dalam penelitiannya;
5. drg. Lusi Hidayati, M. Kes, selaku Dosen Penguji Ketua yang telah memberi kritik, saran dan motivasi sehingga skripsi ini dapat terselesaikan;
6. drg. Zainul Cholid, Sp.BM, selaku Dosen Penguji Anggota yang telah memberi kritik, saran dan motivasi sehingga skripsi ini dapat terselesaikan;
7. drg. Yenny Yustisia, M.Biotech, selaku Dosen Pembimbing tambahan yang juga merelakan waktunya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan;
8. Kedua orang tuaku tercinta, ibunda Yuliati Ningsih dan Ayahanda Mohammad Jamal yang tak kenal lelah mendoakan, memberi dukungan, perhatian, serta kasih sayang yang teramat tulus selama ini;
9. Keempat saudaraku tersayang Ike Liagustin Nurma Ningsih, Lianita Istiqomah, si kembar Rizka dan Rizki Istighfarah yang selalu mengingatkan tentang skripsi saya;

10. Teman yang ikhlas menemani mengerjakan dan memberi semangat skripsi saya “Mencit” Citra Ayu M;
11. Teman satu team penelitian yang kece Ahmad Faris Adli Izzuddin, Lelia Zahra, Nidha Tuhu R, Primadyta Andri W, dan Fadhillah Kurniasari yang selalu bekerja sama dan memberi semangat menyelesaikan skripsi ini;
12. Teman satu pembimbing Malun Nasrudin dan Nidha Tuhu yang selalu bersama refisian tiada akhir dengan dokter Ady hehe;
13. Laki Fearless 2012 haris, hanif, arfi, ahmad, rio, galuh, ndaru, malun syamsul, agya, kiki, faisal, prima, yusuf, joary, bima dan tama terimakasih selama ini telah menghibur, selalu bersaing akan hal apapun sehingga dapat memberikan semangat lebih dalam mengerjakan skripsi;
14. Teman kos ciwi-ciwi ulala si “cantiks” nana, si “edyan” dela, si “mbul” anin, si “seksi” ayuk, si “baper” lelia, dan si “imut” citra terima kasih sudah diperbolehkan membagi ilmu dan numpang wifi di kos al hidayah;
15. Teman satu kontrakan Hanif, Haris dan Arfi yang selalu menemani, menghibur pagi, siang dan malam;
16. Seluruh teman-teman FKG 2012 seeeee.... yang belum saya sebutkan diatas, ines, tria, diol, putri, medina, tika, dian, zalla, rina, hayyu, gita, ayuk roro, retno, fira, gung is, aisyah, lili, viga, amel, anggun, anis, arini, arum perio, asti, arum risalah, astin, ayin, via, balqis, weka, bela, besta, ceha, cici, cintya, defat, dewi, el, eno, eva, fay, galis, giza, diah, herlin, ika, inis, intan, iqma, isna, izza, junti, linda, lona, luna, dika, meidi, memey, mindiya, nabila, nasa, nisa, nervi, niken, nila, nungki, pita, prita, putri, rachel, sabrina, vinanti, tutut, wulan f, wulan m, zahra, zulfa terimakasih atas solidaritasnya, bantuan, semangat yang diberikan selama ini. Kalian semua luar biasa;
17. Semua pihak yang turut terlibat baik secara langsung maupun tidak langsung yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu, terimakasih untuk kalian semua.

Jember, 20 November 2015

Penulis

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	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Gypsum	5
2.1.1 Gypsum Tipe III.....	6
2.1.2 Komposisi Gypsum	6
2.1.3 Karakteristik Gypsum Kedokteran Gigi.....	7
2.1.4 Penyimpanan Gypsum Kedokteran Gigi.....	8
2.2 Daur Ulang Gypsum Kedokteran Gigi.....	8
2.3 Hidroksiapatit.....	9
2.4 Metode Hidrotermal.....	10
2.5 Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	11
2.6 X-ray Diffraction (XRD)	12

2.7 Scanning Electron Microscopy (SEM)	13
2.8 Hipotesis	14
2.9 Kerangka konsep	15
BAB 3. METODE PENELITIAN	16
3.1 Jenis Penelitian	16
3.2 Waktu dan Tempat Penelitian	16
3.2.1 Tempat Penelitian.....	16
3.2.2 Waktu Penelitian	16
3.3 Identifikasi Variabel Penelitian	16
3.3.1 Variabel Bebas	16
3.3.2 Variabel Terikat	16
3.3.3 Variabel Terkontrol	17
3.3.4 Variabel Tidak Terkendali.....	17
3.4 Definisi Operasional Variabel	17
3.5 Populasi dan Sampel Penelitian	18
3.5.1 Pengambilan Sampel	18
3.5.2 Besar Sampel.....	18
3.5.3 Pengelompokan Sampel	19
3.5.4 Bagan Sampel.....	19
3.6 Alat dan Bahan Penelitian	20
3.6.1 Alat Penelitian	20
3.6.2 Bahan Penelitian.....	21
3.7 Prosedur Penelitian	21
3.7.1 Sterilisasi Alat	21
3.7.2 Pembuatan Sampel	21
3.7.3 Sintesis Bahan	21
3.7.4 Pengujian FTIR	22
3.7.5 Pengujian XRD.....	22
3.7.6 Pengujian SEM.....	23
3.8 Analisis Data	23
3.9 Alur Penelitian	24

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Hasil dan Analisa Data Penelitian	25
4.1.1 Hasil Sintesis Hidroksiapatit	25
4.1.2 Hasil Karakterisasi FTIR.....	28
4.1.3 Hasil Karakterisasi XRD	34
4.1.4 Hasil Karakterisasi SEM	37
4.2 Pembahasan	44
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	48
5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran	48
DAFTAR BACAAN	49
LAMPIRAN	53

DAFTAR TABEL

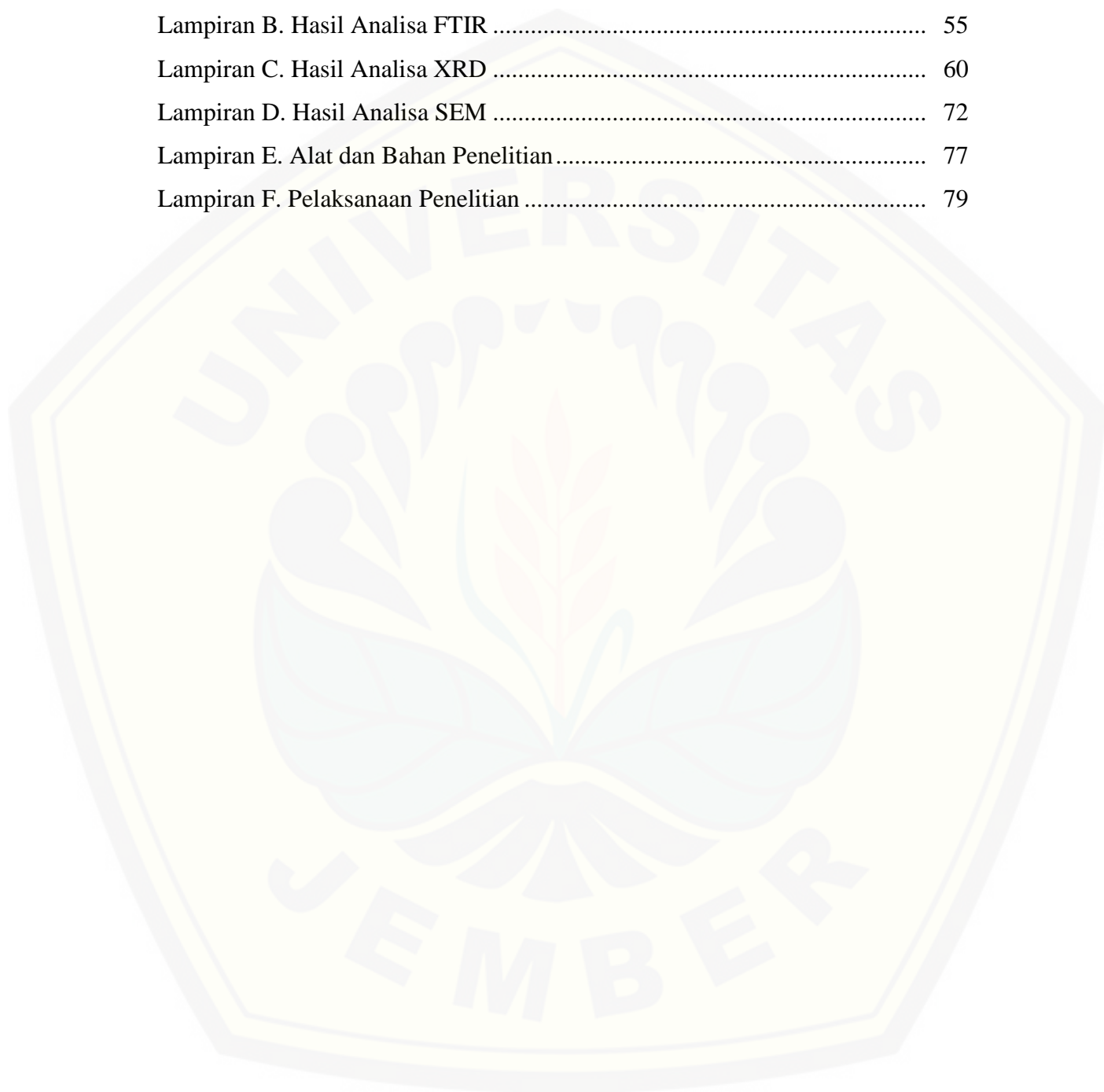
	Halaman
4.1 Jumlah hasil sintesis hidroksiapatit pada masing-masing kelompok.....	25
4.2 Hasil Uji <i>Shapiro-Wilk</i>	26
4.3 Hasil Uji <i>Levene</i>	26
4.4 Hasil Uji <i>One Way ANOVA</i>	26
4.5 Hasil Uji LSD (<i>Least Significant Different</i>)	27
4.6 Hasil Uji Regresi Linier	27
4.7 Data puncak grafik FTIR menunjukkan gugus fungsi dan senyawa yang dimiliki oleh hidroksiapatit-DGIII 3 tahun, hidroksiapatit-DGIII 1 tahun, hidroksiapatit-DGIII 0 tahun, HAp 200 dan gipsum.....	30
4.8 Posisi peak XRD HAp 200 yang telah dianalisis terhadap hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 9-432)	32
4.9 Posisi peak XRD hidroksiapatit-DGIII 1 tahun yang telah dianalisis terhadap hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 9-432)	32
4.10 Posisi peak XRD hidroksiapatit-DGIII 3 tahun yang telah dianalisis terhadap hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 9-432)	34
4.11 Posisi peak XRD hidroksiapatit-DGIII 0 tahun yang telah dianalisis terhadap hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 9-432)	34
4.12 Data hasil analisa kuantitatif yang menunjukkan struktur dan bentuk kristal hidroksiapatit-DGIII 1 tahun, hidroksiapatit-DGIII 3 tahun, hidroksiapatit-DGIII 0 tahun, HAp 200 dan hidroksiapatit stokiometri (JCPDS 9-432)	35

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Gypsum alam	5
2.2 Serbuk gipsum kedokteran gigi.....	5
2.3 Skema kerja FTIR	11
2.4 Skema Difraksi sinar X	12
4.1 Histogram jumlah hasil sintesis hidroksiapatit	25
4.2 Spektrum FTIR hidroksiapatit-DGIII 3 tahun	28
4.3 Spektrum FTIR hidroksiapatit-DGIII 1 tahun	28
4.4 Spektrum FTIR hidroksiapatit-DGIII 0 tahun	29
4.5 Spektrum FTIR HAp 200.....	29
4.6 <i>Superimpose</i> Spektrum FTIR hidroksiapatit-DGIII 3 tahun, hidroksiapatit-DGIII 1 tahun, hidroksiapatit-DGIII 0 tahun, HAp 200 dan gipsum.....	30
4.7 Grafik hasil XRD Hap 200 dibandingkan dengan hidroksiapatit stokiometri JCPDS 9-432.....	32
4.8 Grafik hasil XRD hidroksiapatit-DGIII 1 tahun dibandingkan dengan hidroksiapatit stokiometri JCPDS 9-432.....	33
4.9 Grafik hasil XRD hidroksiapatit-DGIII 3 tahun dibandingkan dengan hidroksiapatit stokiometri JCPDS 9-432.....	33
4.10 Grafik hasil XRD hidroksiapatit-DGIII 0 tahun dibandingkan dengan hidroksiapatit stokiometri JCPDS 9-432.....	34
4.11 Hasil SEM hidroksiapatit-DGIII 3 tahun	37
4.12 Hasil SEM hidroksiapatit-DGIII 1 tahun	38
4.13 Hasil SEM hidroksiapatit-DGIII 0 tahun	39
4.14 Hasil SEM HAp 200	40
4.15 Hasil SEM Gypsum	41
4.16 Hasil gabungan perbesaran 20000x	42

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A. Hasil Analisis SPSS	53
Lampiran B. Hasil Analisa FTIR	55
Lampiran C. Hasil Analisa XRD	60
Lampiran D. Hasil Analisa SEM	72
Lampiran E. Alat dan Bahan Penelitian	77
Lampiran F. Pelaksanaan Penelitian	79



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Insiden kehilangan tulang masih sering terjadi diantaranya diakibatkan karena trauma dan berbagai macam penyakit. Beberapa kasus yang sering mengakibatkan kehilangan tulang di rongga mulut yaitu akibat kecelakaan (trauma), pasca bedah kista atau tumor, pasca ekstraksi, dan penyakit periodontal seperti periodontitis kronis serta periodontitis agresif. Prevalensi terbanyak yaitu 70% masyarakat mengeluhkan penyakit periodontal, dimana 5% diantaranya mengalami defek tulang (SKRT, 2001). Pemulihan pada defek tulang yang besar dapat dilakukan terapi dengan menggunakan suatu bahan atau material pengganti tulang yaitu *bone graft*.

Bone graft digunakan secara luas sebagai agen terapeutik untuk memperbaiki defek tulang yang berkaitan dengan periradikular (Baghban *et al*, 2009). *Bone graft* ini dapat mengganti defek tulang yang terjadi sekitar 60% - 65% (Illueca *et al*, 2006). Bahan *bone graft* tersedia dalam berbagai tipe salah satunya adalah *alloplast*. (Daliemunthe, 2006; Jenkins *et al*, 1999; Manson *et al*, 1993). *Alloplast* merupakan material sintesis non-logam yang digunakan sebagai alternatif pengganti bahan *bone graft lain* yang berasal dari makhluk hidup. Bahan tersebut didapatkan dari bahan keramik (kalium fosfat), polimer dan komposit (Rimondini *et al*, 2004).

Hidroksiapatit sintetik $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan salah satu bahan yang sering digunakan dalam aplikasi biomedis dikarenakan hidroksiapatit ini memiliki gambaran yang identik dengan tulang serta memiliki sifat biokompatibel, osteokonduktif dan dapat menyatu baik dengan tulang (Bronzino, 2006; Solechan, 2001). Sampai saat ini, hidroksiapatit yang sering digunakan berupa hidroksiapatit *fabricated*.

Di Indonesia bahan hidroksiapatit dapat diperoleh secara alami dari berbagai sumber, salah satunya yaitu berasal dari gipsum (Sedyono *et al*, 2008). Produk gipsum kedokteran gigi diperoleh dengan cara mengkonversi batuan gipsum alami dalam bentuk kalsium sulfat dihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) menjadi senyawa kalsium sulfat hemihidrat $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ melalui proses pemanasan. Kalsium sulfat hemihidrat digunakan sebagai bahan kedokteran gigi dalam pembuatan model kerja, model studi, cetakan dan die yang melalui proses hidratisasi (pencampuran dengan air) menjadi kalsium sulfat dihidrat. Klasifikasi gipsum kedokteran gigi menurut *American Dental Assosiation* (ADA) spesifikasi no. 25 diantaranya adalah tipe I *Impression Plaster*, tipe II *Model Plaster*, tipe III *Dental Stone*, tipe IV *Die Stone: High Strength*, dan tipe V *Die Stone: High Strength, High Expansion* (Craig *et al*, 2002; Anusavice, 2003).

Dalam kedokteran gigi Gipsum tipe III merupakan jenis gipsum yang paling sering digunakan dikarenakan memiliki kemampuan fisik dan mekanis yang keras, kuat, partikelnya halus dan memiliki kestabilan dimensi yang baik dalam menahan fraktur dan gipsum tipe ini digunakan untuk pembuatan model kerja. Model kerja digunakan dokter gigi atau teknisi sebagai media konstruksi gigi tiruan (Ferracane, 2001). Pemakaian model kerja memiliki batas waktu tertentu, setelah itu model kerja sudah tidak digunakan lagi dan menjadi limbah yang dari waktu-kewaktu jumlahnya bertambah banyak sehingga menyebabkan pencemaran lingkungan dan ekosistem. Solusi yang sangat memungkinkan yaitu dengan cara didaur ulang kembali (Abidoye *et al*, 2010).

Daur ulang limbah model gipsum kedokteran gigi saat ini yaitu dengan mengkonversi senyawa dari kalsium sulfat dihidrat menjadi kalsium sulfat hemihidrat dalam bentuk serbuk melalui proses pemanasan. Dalam limbah model gipsum terdapat senyawa kalsium yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit. Salah satu metode yang digunakan untuk pembuatan hidroksiapatit dari hasil daur ulang limbah model gipsum kedokteran gigi yaitu melalui proses hidrotermal yang kualitasnya dipengaruhi oleh lama penyimpanan.

Kualitas hasil sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan pengujian untuk mengetahui karakteristiknya. Salah satu pengujian yang dilakukan untuk

mengetahui karakteristik hidroksiapatit yaitu melalui uji karakterisasi. Uji karakterisasi hidroksiapatit diantaranya adalah FTIR, XRD dan SEM. FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa penyusun material. XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal, fasa dan kristalinitas parameter kisi serta kualitas suatu bahan. SEM digunakan untuk mengetahui mikrostruktur dari suatu bahan (pratiwi, 2011).

Berdasarkan uraian diatas, peneliti ingin menelaah lebih lanjut mengenai sintesis dan karakterisasi hasil sintesis hidroksiapatit dari limbah model gipsum kedokteran gigi dengan durasi penyimpanan selama 1 tahun dan 3 tahun.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

1. Apakah ada pengaruh lama penyimpanan terhadap jumlah hasil sintesis dan karakteristik hidroksiapatit limbah gipsum kedokteran gigi ?
2. Pada durasi penyimpanan berapakah jumlah hasil sintesis terbanyak antara 1 tahun dan 3 tahun ?
3. Pada durasi penyimpanan 1 tahun atau 3 tahunkah hasil sintesis hidroksiapatit yang memiliki karakteristik paling mendekati dengan HAp 200 ?

1.3 Tujuan Penelitian

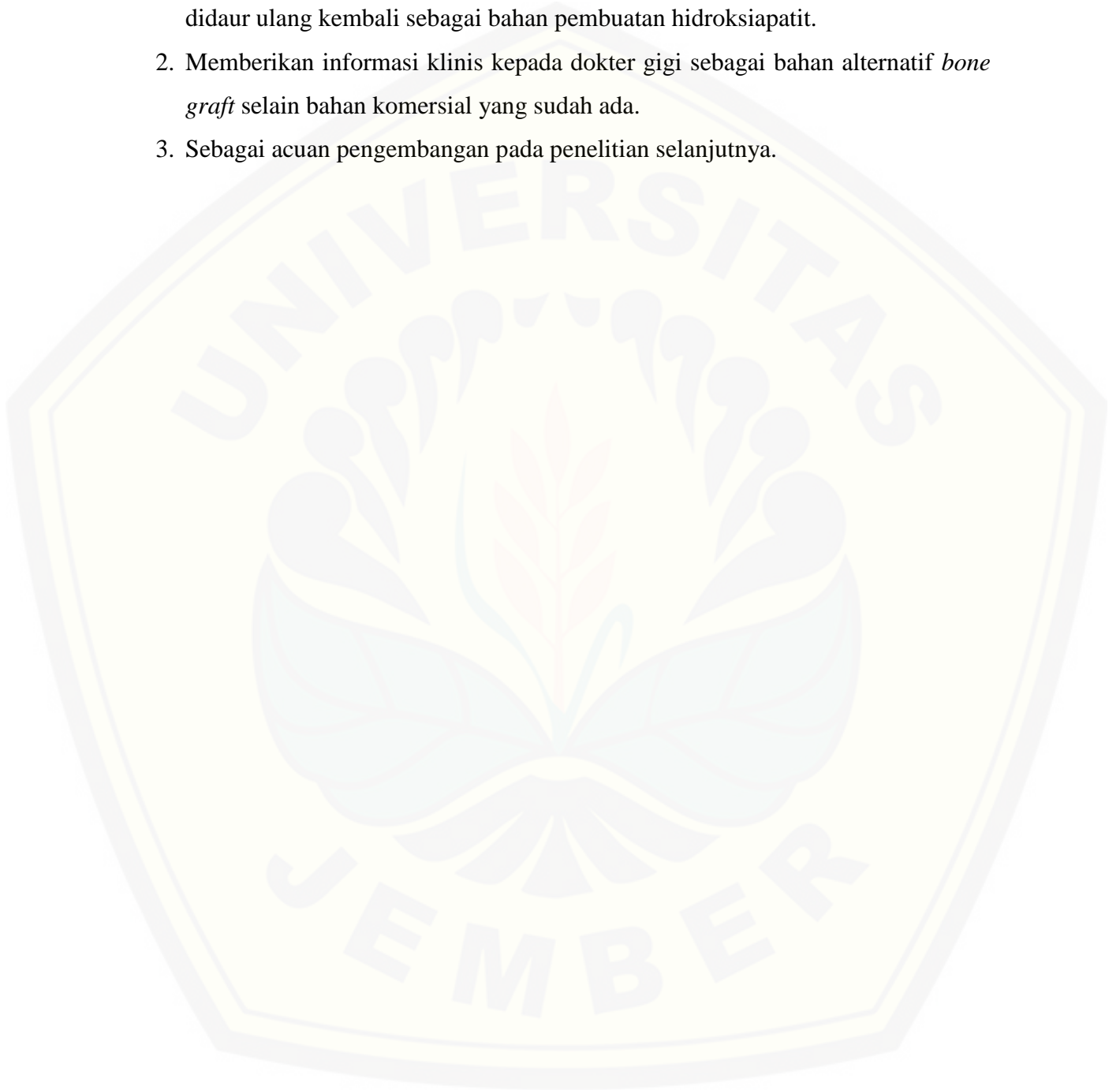
Berdasarkan latar belakang serta rumusan masalah diatas, maka penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengetahui pengaruh lama penyimpanan terhadap jumlah hasil sintesis dan karakteristik hasil sintesis hidroksiapatit dari limbah gipsum kedokteran gigi.
2. Mengetahui jumlah hasil sintesis hidroksiapatit durasi penyimpanan 1 tahun dan 3 tahun.
3. Mengetahui sintesis hidroksiapatit yang memiliki karakteristik tertinggi jika dibandingkan dengan HAp 200 pada durasi penyimpanan 1 tahun atau 3 tahun.

1.4 Manfaat penelitian

Manfaat yang dapat diambil dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi bahwa limbah model gipsum kedokteran gigi dapat didaur ulang kembali sebagai bahan pembuatan hidroksiapatit.
2. Memberikan informasi klinis kepada dokter gigi sebagai bahan alternatif *bone graft* selain bahan komersial yang sudah ada.
3. Sebagai acuan pengembangan pada penelitian selanjutnya.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Gypsum

Gypsum merupakan massa yang padat dan berwarna abu-abu, merah atau coklat. Warna tersebut disebabkan adanya zat lain seperti tanah liat, oksida besi, karbohidrat, sedikit SiO_2 atau oksida lain. Pada bidang kedokteran gigi, gipsum yang dihasilkan melalui proses kimia yaitu kalsium sulfat hemihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) murni (Anusavice, 2003).



2.1 Gypsum alam.

Sumber : (lantaikayoe.wordpress.com)



2.2. Serbuk gipsum kedokteran gigi.

Sumber : (suyonoganjur.blogspot.com)

Produk gipsum digunakan untuk mereproduksi replika negatif/hasil cetakan dari rongga mulut serta struktur maksilofasial dan digunakan untuk pekerjaan

laboratorium kedokteran gigi dalam konstruksi gigi tiruan/analisa kasus (Anusavice, 2003). Kalsium sulfat hemihidrat merupakan produk gipsum yang digunakan dalam kedokteran gigi dikenal dengan gipsum yang memiliki rumus kimia ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$) (McCabe dan Walls, 2008).

2.1.1 Gipsum Tipe III

Dental stone (gipsum tipe III) dapat diperoleh apabila gipsum dipanaskan sampai 125°C dibawah tekanan uap di dalam *autoclave* sehingga terbentuk hemihidrat yang lebih tidak porus dan homogen dengan struktur kristal yang disebut α -hemihidrat (*dental stone*) (McCabe dan Walls, 2008). α -hemihidrat terdiri dari partikel yang lebih kecil dan teratur dalam bentuk batang atau prisma dan bersifat tidak porus sehingga membutuhkan air yang lebih sedikit ketika dicampur bila dibandingkan dengan β -hemihidrat (Anusavice, 2003; Craig *et al*, 2000).

Gipsum ini memiliki warna biru, putih atau kuning. Gipsum tipe III ideal digunakan untuk membuat model kerja yang memerlukan kekuatan dan ketahanan abrasif yang tinggi seperti pada konstruksi protesa dan model ortodonsi. Kekuatan kompresi gipsum tipe III berkisar antara 20,7 MPa (3000 psi) – 34,5 MPa (5000 psi) (Anusavice, 2003).

2.1.2 Komposisi Gipsum

Komposisi gipsum terdiri dari :

1. Komposisi utamanya berupa kalsium sulfat hemihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$).
2. Bahan pewarna.
3. Bahan aditif, pengontrol waktu *setting*.
4. Bahan akselerator yang mempercepat reaksi kimia, misalnya kalium klorida (KCl), natrium klorida (NaCl).
5. Bahan retarder sebagai penghambat reaksi kimia, misalnya potasium sitrat dan borax.

(Anusavice, 2003)

2.1.3 Karakteristik Gypsum Kedokteran Gigi

Karakteristik gypsum kedokteran gigi, adalah sebagai berikut :

a. *Setting time*

Setting time adalah waktu yang diperlukan mulai dari mencampur serbuk dengan air serta memanipulasikannya kedalam cetakan hingga menjadi keras (Anusavice, 2003). *Setting time* terdapat dua tahap yaitu *Initial setting time* dan *Final setting time* (Hatrick *et al*, 2011; Manappallil, 1998). *Initial setting time* yaitu waktu yang dibutuhkan bahan-bahan gypsum untuk mencapai kekerasan tertentu, yaitu dimana air dipermukaan adonan diasorpsi kedalam adonan hingga menjadi kristal. *Initial setting time* berdasarkan *the lost of gloss* juga dapat dilihat secara visual dengan mengidentifikasi permukaan gypsum dari mengkilap menjadi buram dikarenakan terserapnya seluruh air serta timbul reaksi panas. Proses ini terjadi selama 8-16 menit dihitung dari mulai pencampuran. *Final setting time* yaitu waktu yang dibutuhkan untuk reaksi lengkap atau kondisi reaksi kimia sudah lengkap. Berdasarkan Vickat dan Gillmore reaksi eksotermis pada *Final setting time* diketahui dengan menggunakan penetrasi jarum. Waktu untuk mencapai *final setting time* yaitu 20 menit dihitung dari mulai pencampuran (Craig *et al*, 2002).

b. *Setting ekspansi*

Setting ekspansi terjadi pada semua jenis gypsum. Plaster memiliki *setting ekspansi* yang paling besar yaitu 0,30% sedangkan *high-strength stone* memiliki *setting ekspansi* yang paling rendah yakni 0,10%. *Setting ekspansi* merupakan hasil dari pertumbuhan kristal-kristal gypsum ketika mereka bergabung. *Setting ekspansi* harus dikontrol agar tetap minimum terutama ketika gypsum tersebut akan digunakan untuk membuat pola malam sebuah restorasi. Apabila *setting ekspansi* yang terjadi berlebihan maka akan menghasilkan sebuah restorasi yang *oversized*. *Setting ekspansi* hanya terjadi ketika gips dalam proses pengerasan (Hatrick *et al*, 2011).

c. Perubahan dimensi

Perubahan dimensi dipengaruhi oleh *setting ekspansi* dari gypsum. *Setting ekspansi* yang terjadi pada proses pengerasan gypsum disebabkan oleh adanya

dorongan ke luar oleh pertumbuhan kristal dihidrat. Semakin tinggi atau besar ekspansi pengerasan maka keakuratan dimensi semakin rendah (Anusavice, 2003).

d. *W/P Ratio*

Tipe gipsum yang berbeda akan memiliki rasio air-bubuk yang berbeda juga. Hal ini disebabkan oleh perbedaan bentuk dan ukuran kristal kalsium sulfat hemihidrat, semakin kecil ukuran kristal atau semakin tinggi tipe maka semakin sedikit air yang digunakan. (Powers *et al*, 2009).

e. Kekuatan kompresi

Kekuatan kompresi gips merupakan kemampuan bahan untuk menahan fraktur. Kekuatan kompresi gips merupakan faktor penting dalam menentukan kekerasan dan daya tahan abrasi gips (Powers *et al*, 2008). Semakin sedikit air yang digunakan maka semakin besar kekuatan kompresi yang dihasilkan (Powers *et al*, 2009).

f. *Reproduction of details*

Porositas dapat terbentuk oleh karena berhubungan dengan proses pencampuran, yaitu jumlah gipsum yang tidak tercampur oleh air dengan baik (Craig *et al*, 2002).

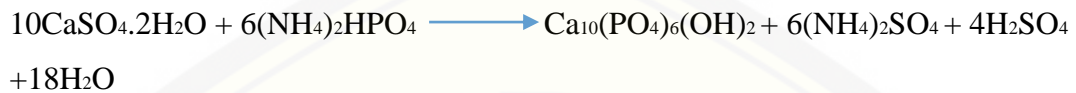
2.1.4 Penyimpanan Gipsum Kedokteran Gigi

Penyimpanan gipsum kedokteran gigi terutama dibidang ortodonti sangat diperlukan, karena dapat digunakan sebagai *database* untuk mengetahui progresifitas perkembangan perawatan dan juga sebagai riset penelitian. Penyimpanan model pada temperatur antara 90°C–100°C akan mengakibatkan pengerutan yang disebabkan oleh kristalisasi air yang keluar dan mengubah dihidrat menjadi hemihidrat kembali sehingga kekuatan kompresi gips akan bertambah (Anusavice, 2003).

2.2 Daur Ulang Gipsum Kedokteran Gigi

Limbah gipsum merupakan bahan yang sulit terurai. Kalsium sulfat dihidrat yang terkandung didalam limbah gipsum menyebabkan ancaman polusi yang besar apabila terus menerus meningkat jumlahnya (Abidoeye *et al*, 2010). Berdasarkan

penelitian Joko Sedyono dkk 2008, limbah gipsum dalam bentuk kalsium sulfat dihidrat dapat disintesis menjadi hidroksiapatit melalui proses hidrotermal yaitu dengan mereaksikan limbah gipsum yang dihaluskan dengan larutan *diammonium hydrogen phosphat* (DHP) [(NH₄)₂HPO₄]. Rumus persamaan kimia yang didapat adalah :



Dari reaksi diatas didapatkan hidroksiapatit [Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂], amonium sulfat [6(NH₄)₂SO₄], asam sulfat (4H₂SO₄) dan air (18H₂O).

2.3 Hidroksiapatit

Bone graft berguna untuk merekonstruksi kerusakan tulang yang diakibatkan oleh adanya infeksi, trauma maupun tumor. Bahan *bone graft* juga memungkinkan peningkatan volume, lebar dan ketinggian tulang pada daerah yang kurang untuk regenerasi jaringan pendukung gigi serta untuk penempatan implan pada angulasi dan posisi yang ideal. Bahan *bone graft* dapat membantu regenerasi tulang dengan tiga metode berbeda yaitu osteogenesis, osteoinduksi dan osteokonduksi (Sukumar dan Drizhal, 2008).

Bone graft dapat dikelompokkan menjadi empat tipe yaitu:

1. *Autograft*, tulang diambil dari individu yang sama,
2. *Allograft*, tulang diambil dari individu lain dari spesies yang sama,
3. *Xenograft*, tulang diambil dari spesies yang berbeda, diawetkan dengan etilen diamin untuk menghilangkan fraksi organik dan antigenik,
4. *Alloplast*, bahan pengganti tulang dan bahan sintetis seperti hidroksiapatit.

(Manson *et al*, 1993)

Hidroksiapatit (HA) termasuk kedalam salah satu bahan keramik *alloplast* dengan formula kimia Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ yang memiliki sifat biokompatibilitas yang bagus, karena secara kimia dan fisika kandungan mineralnya sama dengan tulang dan gigi pada manusia. Hidroksiapatit merupakan kristal paling stabil dibandingkan dengan tiga fase lainnya. Penggunaan hidroksiapatit sebagai reparasi tulang yang mengalami kerusakan serta material implan untuk aplikasi medis semakin

meningkat saat ini. Penelitian di India, telah memanfaatkan bahan alam seperti batu koral, ganggang laut, dan cangkang telur ayam sebagai sumber CaCO_3 untuk pembentukan hidroksiapatit (Berlianty, 2011). Penelitian di Indonesia oleh Joko Sedyono dkk pada tahun 2008 menyatakan bahwa hidroksiapatit juga bisa diperoleh dari limbah gipsum kedokteran gigi.

Hidroksiapatit memiliki struktur kristal heksagonal dengan dimensi selnya $a = b = 9,42 \text{ \AA}$ dan $c = 6,88 \text{ \AA}$ ($1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$). Kristal hidroksiapatit mempunyai ukuran yang sama dengan kristal hidroksiapatit tulang, yaitu berkisar 20–50 nm (Rocha, 2005). Secara stokiometri Ca/P hidroksiapatit memiliki rasio 1,67 dan secara kimia sama dengan mineral tulang manusia. Komponen utama penyusun tulang yaitu senyawa hidroksiapatit (Swain, 2009; Herliansyah, 2009). Hidroksiapatit ini memiliki gambaran yang identik dengan tulang serta memiliki sifat biokompatibel, osteokonduktif dan dapat menyatu baik dengan tulang (Bronzino, 2006; Solechan, 2001).

2.4 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan proses mineralisasi di bawah tekanan tinggi dan temperatur tertentu untuk melarutkan, agar terbentuk kristal yang relatif tidak larut di bawah kondisi normal. Metode hidrotermal memungkinkan proses terbentuknya padatan kristal tunggal, partikel murni atau nano-partikel. Perkembangan metode hidrotermal dalam berbagai penelitian telah dibandingkan dengan metode konvensional pada pembuatan material (Yoshimura, 2008).

Metode hidrotermal merupakan metode yang paling tepat untuk mendapatkan sampel dengan kualitas yang baik, karakteristik tinggi, dan reaktivitasnya sangat tinggi. Metode hidrotermal dapat berupa reaksi kimia yang bersifat homogen dan heterogen yang melibatkan pelarut dengan suhu di atas suhu ruang dan tekanan di atas 1 atmosfer pada sistem tertutup. Kelebihan metode ini adalah dapat mempercepat interaksi antara materi padat dan cair, dapat terbentuk fase murni dan material homogen, viskositas rendah, difusifitas tinggi, dan meningkatnya daya larut (Solihat, 2008).

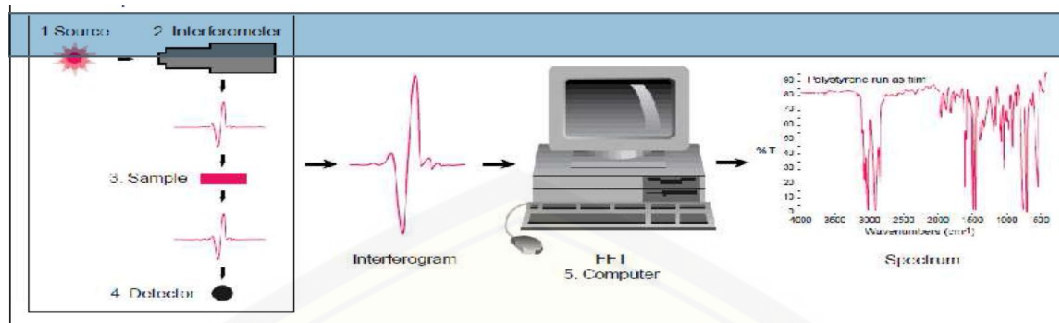
2.5 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier Transform InfraRed Spectroscopy (FTIR) adalah alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi jenis ikatan kimia dalam senyawa kalsium fosfat, namun unsur-unsur penyusunnya belum dapat ditentukan. Spektroskopi inframerah ini terdapat radiasi inframerah yang akan dilewatkan oleh sampel. Beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel dan sebagian dilewatkan oleh sampel. Penyerapan inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika ada kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul pada sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwall, 1985). Skema kerja FTIR gambar 2.3.

Setiap molekul memiliki energi tertentu dalam bervibrasi. Hal ini bergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkannya. Pada senyawa kalsium fosfat, gugus fungsi yang dapat diamati yaitu gugus OH, gugus CO₃, dan gugus PO₄. Gugus PO₄ memiliki 4 mode vibrasi, yaitu:

1. Vibrasi *stretching* (ν_1), dengan bilangan gelombang sekitar 956 cm⁻¹. Pita absorpsi ν_1 ini dapat dilihat pada bilangan gelombang 960 cm⁻¹
2. Vibrasi *bending* (ν_2), dengan bilangan gelombang sekitar 363 cm⁻¹
3. Vibrasi asimetri *stretching* (ν_3), dengan bilangan gelombang sekitar 1040 sampai 1090 cm⁻¹. Pita absorpsi ν_3 ini mempunyai dua puncak maksimum, yaitu pada bilangan gelombang 1090 cm⁻¹ dan 1030 cm⁻¹.
4. Vibrasi antisimetri *bending* (ν_4), dengan bilangan gelombang sekitar 575 sampai 610 cm⁻¹.

Spektrum senyawa kalsium fosfat dapat diteliti pada pita ν_4 . Pita absorpsi OH⁻ dapat juga dilihat pada spektrum kalsium fosfat, yaitu sekitar 3576 cm⁻¹ dan 632 cm⁻¹ sedangkan pita absorpsi CO₃ (karbonat) dilihat pada 1545, 1450, dan 890 cm⁻¹ (Mulyaningsih, 2007).

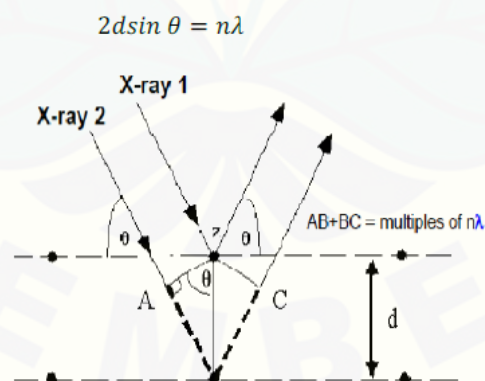


Gambar 2.3. skema kerja FTIR.

Sumber : Mulyaningsih, 2007

2.6 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan suatu metode yang berdasarkan pada sifat-sifat difraksi sinar-X, yakni hamburan cahaya dengan panjang gelombang λ saat melewati kisi kristal dengan sudut datang θ dan jarak antar bidang kristal sebesar d . Data yang diperoleh dari metode XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas cahaya difraksi. Berdasarkan teori difraksi, sudut difraksi bergantung pada lebar celah kisi sehingga mempengaruhi pola difraksi, sedangkan intensitas cahaya difraksi bergantung dari banyaknya kisi kristal yang memiliki orientasi sama. Hal tersebut dinyatakan dalam Hukum Bragg. Skema difraksi sinar-X ditunjukkan pada gambar 2.4



Gambar 2.4. Skema difraksi sinar-X

Sumber : Mulyaningsih, 2007

Berkas sinar-X dapat terdiri dari dua jenis spektrum, yaitu kontinu dan diskrit. Spektrum kontinu timbul akibat adanya pengereman elektron-elektron berenergi kinetik tinggi pada kutub anoda. Pada saat pengereman terjadi, energi

kinetiknya diubah menjadi sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan oleh pengereman tersebut disebut sinar-X Bremsstrahlung. Spektrum diskrit sinar X dihasilkan oleh tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target.

XRD dapat digunakan untuk menentukan sistem kristal, parameter kisi, derajat kristalinitas, dan fasa yang terdapat dalam suatu sampel. Metode XRD dapat memberi informasi secara umum, baik secara kuantitatif maupun secara kualitatif tentang komposisi fasa-fasa yang terdapat dalam suatu sampel (misalnya komposisi yang terdapat dalam suatu campuran). Salah satu analisis komposisi fasa dalam suatu bahan adalah dengan membandingkan pola XRD yang terukur dengan data yang ada (Cullity *et al*, 2001).

2.7 Scanning Elektron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. Analisis SEM bermanfaat untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) benda padat. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan, disebut *electron gun*.

Sebuah ruang vakum diperlukan untuk preparasi cuplikan. Cara kerja SEM adalah gelombang elektron yang dipancarkan *electron gun* terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* yang diberi energi menyediakan medan magnetik bagi sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor *backscatter*. Gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas di permukaan *Cathode Ray Tube* (CRT) sebagai topografi gambar (Kroschwitz, 1990). Pada sistem ini berkas elektron dikonsentrasikan pada spesimen, bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar.

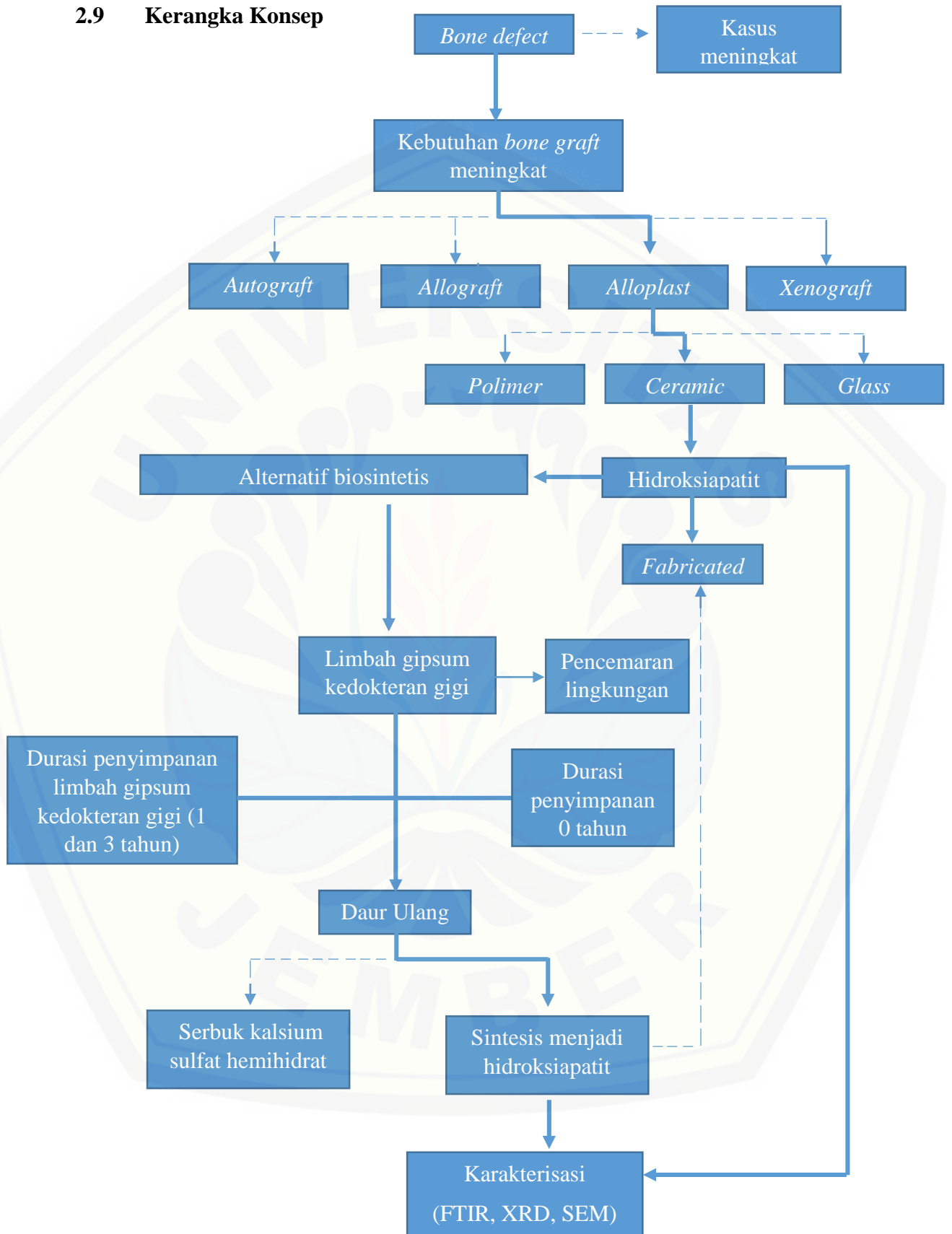
Sistem penyorotan dan lensa pada SEM sama dengan mikroskop cahaya biasa. Pada pengamatan yang menggunakan SEM lapisan cuplikan harus bersifat konduktif agar dapat memantulkan berkas elektron dan mengalirkannya ke *ground*. Bila lapisan cuplikan tidak bersifat konduktif maka perlu dilapisi dengan emas.

Pada pembentukan lapisan konduktif, spesimen yang akan dilapisi diletakkan pada tempat sampel di sekeliling anoda. Ruang dalam tabung kaca dibuat mempunyai suhu rendah dengan memasang tutup kaca rapat dan gas yang ada dalam tabung dipompa keluar. Antara katoda dan anoda dipasang tegangan 1,2 kV sehingga terjadi ionisasi udara yang bertekanan rendah. Elektron bergerak menuju anoda dan ion positif dengan energi yang tinggi bergerak menumbuk katoda emas. Hal ini menyebabkan partikel emas menghambur dan mengendap di permukaan spesimen. Pelapisan ini dilakukan selama 4 menit.

2.8 Hipotesis Penelitian

Hidroksiapatit dapat disintesis dari limbah gipsum kedokteran gigi durasi penyimpanan 1 dan 3 tahun. Durasi penyimpanan dapat mempengaruhi hasil karakterisasi hidroksiapatit. Durasi penyimpanannya yang semakin lama akan memiliki karakteristik yang lebih murni serta masih dapat ditoleransi sehingga bisa dijadikan alternatif pengganti hidroksiapatit *fabricated*.

2.9 Kerangka Konsep



BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah experimental laboratoris serta menggunakan rancangan penelitian tipe *post test only control group design*, dimana pengujiannya dilakukan setelah adanya perlakuan (Budiharto, 2008).

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

3.2.1 Tempat Penelitian

1. Penelitian dilakukan di laboratorium Teknologi Kedokteran Gigi Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember untuk proses daur ulang limbah model gipsium kedokteran gigi menjadi hidroksiapatit.
2. Penelitian dilakukan di laboratorium *Central* Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang untuk proses karakterisasi FTIR, XRD dan SEM hasil sintesis hidroksiapatit.

3.2.2 Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan September 2015.

3.3 Identifikasi Variabel Penelitian

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah

1. Serbuk hidroksiapatit yang diperoleh melalui proses hidrotermal dari limbah model gipsium *dental stone* (Tipe III) durasi penyimpanan 1 tahun.
2. Serbuk hidroksiapatit yang diperoleh melalui proses hidrotermal dari limbah model gipsium *dental stone* (Tipe III) durasi penyimpanan 3 tahun.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit.

3.3.3 Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol dalam penelitian ini diantaranya adalah :

1. Prosedur teknik daur ulang limbah model gipsum *dental stone* (Tipe III).
2. Prosedur laboratoris sintesis dan karakterisasi hidroksiapatit.

2.1.1 Variabel tidak terkontrol

Variabel tidak terkontrol dalam penelitian ini diantaranya adalah :

1. Prosedur pembuatan model gipsum tipe III.
2. Suhu penyimpanan limbah model gipsum tipe III.

3.4 Definisi Operasional Variabel

3.4.1 Limbah model gipsum *dental stone* (Tipe III) durasi penyimpanan 1 tahun

Limbah model gipsum *dental stone* (Tipe III) durasi penyimpanan 1 tahun merupakan model gigi/model kerja yang diperoleh dari reproduksi hasil cetakan fisiologis pasien dengan menggunakan *dental stone* (Tipe III) dengan durasi penyimpanan selama 1 tahun.

3.4.3 Limbah model gipsum *dental stone* (Tipe III) durasi penyimpanan 3 tahun

Limbah model gipsum *dental stone* (Tipe III) durasi penyimpanan 3 tahun merupakan model gigi/model kerja yang diperoleh dari reproduksi hasil cetakan fisiologis pasien dengan menggunakan *dental stone* (Tipe III) dengan durasi penyimpanan selama 3 tahun.

3.4.4 Hasil Sintesis Hidroksiapatit

Hasil sintesis hidroksiapatit merupakan hasil kuantitatif sintesis hidroksiapatit limbah model gipsum kedokteran gigi *dental stone* (Tipe III).

3.4.5 Hasil Karakterisasi Hidroksiapatit

Hasil karakterisasi hidroksiapatit merupakan hasil kualitatif sintesis hidroksiapatit limbah model gipsum kedokteran gigi *dental stone* (Tipe III).

3.5 Pengambilan Sampel

3.5.1 Populasi

Populasi dari penelitian ini adalah jumlah keseluruhan hasil pengumpulan limbah model gipsum kedokteran gigi *dental stone* (Tipe III) di klinik ortodonsia.

3.5.2 Besar Sampel

Untuk menentukan besar sampel pada penelitian ini digunakan *simple random sampling* agar semua sampel memiliki peluang yang sama. Besar sampel yang digunakan yaitu berdasarkan rumus Daniel (2005) sebagai berikut :

$$n = \frac{(Z\alpha)^2 \sigma \rho^2}{\delta^2}$$

Keterangan :

n : Besar sampel minimal

Z α : batas atas nilai konversi pada tabel distribusi normal untuk batas atas kemaknaan (1,96)

$\sigma \rho^2$: diasumsikan $\sigma \rho^2 = \delta$

Penghitungan jumlah sampel untuk setiap kelompok penelitian adalah sebagai berikut :

$$n = \frac{(1,96)^2 \sigma \rho^2}{\delta^2}$$

$$n = (1,96)^2$$

$$n = 3,84 \rightarrow 4$$

Dari hasil penghitungan menggunakan rumus diatas diperoleh jumlah minimal sampel untuk setiap kelompok adalah minimal 4 model gipsum kedokteran gigi tipe III. Kemudian dikonversi dalam bentuk serbuk ditimbang sama rata untuk setiap sampel.

3.5.3 Pengelompokan Sampel

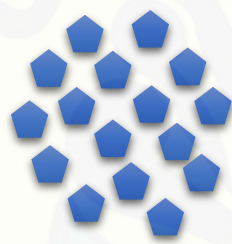
Pada penelitian ini sampel dibagi menjadi 3 kelompok yaitu :

- Kelompok 1 merupakan 4 limbah model gipsum kedokteran gigi tipe III dengan durasi penyimpanan selama 1 tahun.
- Kelompok 2 merupakan 4 limbah model gipsum kedokteran gigi tipe III dengan durasi penyimpanan selama 3 tahun.
- Kelompok kontrol merupakan 4 *fresh model* gipsum kedokteran gigi tipe III yang diasumsikan sebagai durasi penyimpanan 0 tahun.

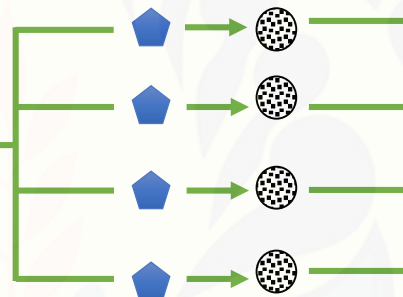
3.5.4 Bagan Sampel

Populasi model dental gipsum

Durasi penyimpanan 1 tahun



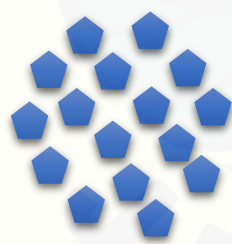
→ R



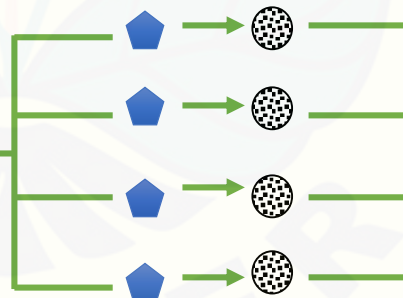
Kelompok I

Populasi model dental gipsum

Durasi penyimpanan 3 tahun

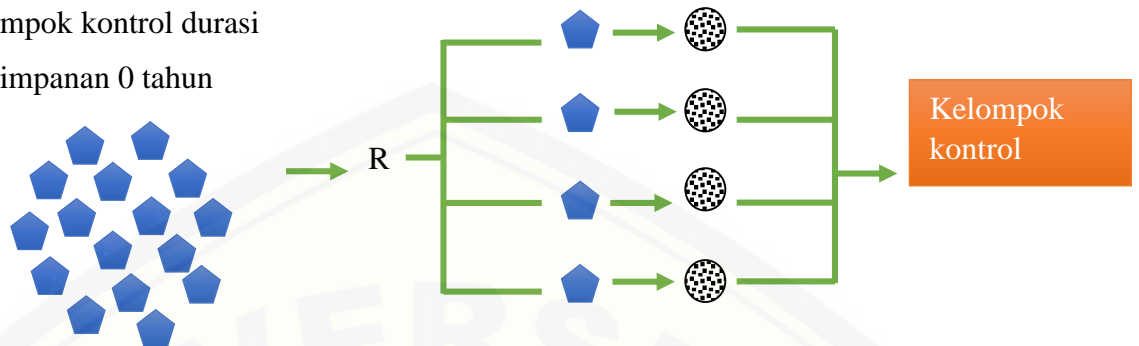


→ R



Kelompok II

Kelompok kontrol durasi
penyimpanan 0 tahun



Keterangan :

R : Simple Random Sampling

■ : Model gipsum kedokteran gigi

● : Bubuk gipsum dihidrat

3.6 Alat dan Bahan Penelitian

3.6.1 Alat Penelitian

- a. Microwave (*Electrolux, Germany*)
- b. Kertas penyaring (*Whatman, Indonesia*)
- c. Inkubator (*Binder, Germany*)
- d. Mesin FTIR (*Shimizu, Jepang*)
- e. Mesin XRD (*Shimizu, Jepang*)
- f. Mesin SEM (*JOEL, USA*)
- g. Gelas beker (*Pyrex, China*)
- h. *Stopwatch*
- i. Corong (*Pyrex, China*)
- j. Spatula
- k. Bowl
- l. Gelas ukur (*Pyrex, China*)
- m. Gelas labu (*Schott Duran, Germany*)
- n. Siever 270 mesh (*Duta Buana Abadi, Indonesia*)
- o. *Magnetic stirer (Favorit, Malaysia)*

- p. Tabung Teflon
- q. Aluminium foil (*Klinpak, Indonesia*)
- r. Neraca analitik (*Adam, England*)

3.6.2 Bahan Penelitian

- a. Kalsium sulfat dihidrat ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dari gipsum kedokteran gigi tipe III
- b. Larutan *diammonium hydrogen phosphat* (DHP) $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$
- c. Aquades

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Mensterilisasi Alat

Peralatan dibersihkan dengan air mengalir kemudian disterilkan dalam *autoclave* selama 15 menit dengan suhu 121° .

3.7.2 Membuat Sampel

Limbah dental gipsum diperoleh dari model yang sudah tidak digunakan yang didapatkan dari klinik ortodonsia Rumah Sakit Gigi dan Mulut Universitas Jember. Untuk membuat serbuk gipsum kedokteran gigi dilakukan tahapan sebagai berikut :

- a. Membersihkan limbah model gipsum.
- b. Memisahkan gipsum tipe II dan tipe III.
- c. Menghancurkan model gipsum tipe III.
- d. Membuat serbuk dengan menggunakan blender.
- e. Menghaluskan kembali serbuk menggunakan *siever* 270 mesh.
- f. Menimbang dengan berat yang sama pada masing-masing sebesar 500 mg.

3.6.3 Mensintesis Bahan

Tahapan sintesis hidroksiapatit sebagai berikut :

- a. Sampel yang sudah dibuat dicampurkan dengan larutan DHP 0,5 M (2.641 mg DHP dan 40 ml aquades) kemudian melakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama ± 10 menit.

- b. Menimbang serbuk gipsum untuk dicampur dengan larutan tersebut, dengan perbandingan 500 mg serbuk dan 40 ml larutan DHP.
- c. Mensterilkan hasil pencampuran menggunakan mikrowave 100° C selama 20 menit.
- d. Kemudian menyaring menggunakan kertas saring disertai pembilasan dengan aquadest 500 ml.
- e. Mengeringkan endapan yang diperoleh di dalam inkubator selama 4 jam dalam suhu 40°C.
- f. Hasil sintesis akan didapatkan tiga macam sampel :
 1. Hidroksiapatit hasil sintesis dari limbah gipsum tipe III durasi penyimpanan 0 tahun (Hidroksiapatit-DGIII 0 tahun)
 2. Hidroksiapatit hasil sintesis dari limbah gipsum tipe III durasi penyimpanan 1 tahun (Hidroksiapatit-DGIII 1 tahun)
 3. Hidroksiapatit hasil sintesis dari limbah gipsum tipe III durasi penyimpanan 3 tahun (Hidroksiapatit-DGIII 3 tahun)
- g. Kemudian hasil dari sintesis dilakukan uji karakterisasi dengan menggunakan FTIR, XRD, dan SEM.

3.7.3 Pengujian FTIR

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan mesin FTIR untuk mengidentifikasi jenis ikatan molekul serta gugus fungsi yang ada dan membandingkannya dengan hasil FTIR HAp 200 (Jepang).

3.7.4 Pengujian XRD

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan mesin XRD untuk menentukan komposisi fasa-fasa yang terdapat pada hasil sintesis dan membandingkannya dengan hasil XRD dari HAp 200 (Jepang).

3.7.5 Pengujian SEM

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan mesin SEM untuk mengetahui morfologi struktur hasil sintesis secara mikroskopik dan membandingkannya dengan hasil XRD dari HAp 200 (Jepang).

3.8 Analisis Data

Untuk mengetahui perbedaan jumlah hasil hidroksiapatit-DGIII 1 tahun, hidroksiapatit-DGIII 3 tahun dan hidroksiapatit-DGIII 0 tahun data yang diperoleh dianalisa dengan uji statistik. Untuk mengetahui normalitas data menggunakan *Shapiro-Wilk* test dan homogenitas varian data dengan uji *Levene* dengan tingkat kemaknaan ($p \geq 0,05$). Bila data berdistribusi normal dan homogen dilakukan uji parametrik *One Way ANOVA*. Apabila terdapat perbedaan yang signifikan dilakukan uji komparasi ganda dengan menggunakan uji LSD (*Least Significant Different*). Kemudian untuk menguji perbedaan hasil karakterisasi dari hasil sintesis hidroksiapatit dengan hidroksiapatit *fabricated* data yang diperoleh dianalisa secara diskriptif karena hasil data berupa data kualitatif.