



**KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI KALSIT (PT. DWI SELO GIRI MAS
SIDOARJO) SEBAGAI *BONE GRAFT* SINTETIS MENGGUNAKAN X-RAY
DIFFRACTOMETER (XRD) DAN *FOURIER TRANSFORM INFRA RED*
(*FTIR*)**

SKRIPSI

oleh

**R.AJ. MAHARDHIKA SAFANTI PRABANINGTYAS
NIM 111610101049**

**FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI
UNIVERSITAS JEMBER
2015**



**KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI KALSIT (PT. DWI SELO GIRI MAS
SIDOARJO) SEBAGAI *BONE GRAFT* SINTETIS MENGGUNAKAN *X-RAY
DIFFRACTOMETER (XRD)* DAN *FOURIER TRANSFORM INFRA RED
(FTIR)***

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk meraih
gelar Sarjana Kedokteran Gigi (S1) pada Fakultas Kedokteran Gigi
Universitas Jember

oleh

**R.Aj. Mahardhika Safanti Prabaningtyas
NIM 111610101049**

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

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda dr. H. Haryo Prabanco, Sp.S (alm) tercinta
2. Ayahanda Ir. Agus Haryanto dan Ibunda Farida Ariani, S. E tercinta.
3. Kakakku R.Aj. Hanindia Riani Prabaningtyas dan R.Aj. Rizka Fiani Prabaningtyas serta adikku Yudi Candra Kurniawan dan Indra Surya Iwanata yang telah memberi semangat dan nasihat-nasihat.
4. Guru-guru yang saya hormati, terimakasih atas ilmu dan bimbingannya.
5. Almamater Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

MOTTO

Boleh jadi kamu membenci sesuatu, padahal ia amat baik bagimu, dan boleh jadi (pula) kamu menyukai sesuatu, padahal ia amat buruk bagimu; Allah mengetahui, sedang kamu tidak mengetahui.

(terjemahan Surat *Al Baqarah* ayat 216)*

Orang-orang yang sukses telah belajar membuat diri mereka melakukan hal yang harus dikerjakan ketika hal itu memang harus dikerjakan, entah mereka menyukainya atau tidak.

Aldus Huxley

*) Departemen Agama RI. 2000. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Jakarta: Diponegoro.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : R.Aj. Mahardhika Safanti Prabaningtyas

NIM : 111610101049

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya tulis ilmiah yang berjudul **“Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (Pt. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) sebagai *Bone Graft* Sintetis Menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*”** adalah benar-benar karya sendiri, kecuali kutipan yang saya sebutkan sumbernya dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 16 April 2015

Yang menyatakan,

R.Aj. Mahardhika Safanti Prabaningtyas

NIM 111610101049

SKRIPSI

KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI KALSIT (PT. DWI SELO GIRI MAS SIDOARJO) SEBAGAI *BONE GRAFT* SINTETIS MENGGUNAKAN X-RAY DIFFRACTOMETER (XRD) DAN *FOURIER TRANSFORM INFRA RED (FTIR)*

Oleh

R.Aj. Mahardhika Safanti Prabaningtyas

NIM 111610101049

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MD.Sc

Dosen Pembimbing Pendamping : drg. Nadie Fatimatuzzahro, MD.Sc

PENGESAHAN

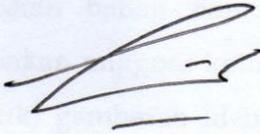
Skripsi berjudul “Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (Pt. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) sebagai *Bone Graft* Sintetis Menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*” telah diuji dan disahkan pada :

hari, tanggal : Kamis, 16 April 2015

tempat : Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember

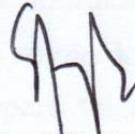
Tim Penguji,

Penguji Ketua,



drg. Lusi Hidayati, M.Kes
NIP 1974041520005012002

Penguji Anggota,



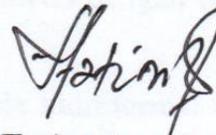
drg. Peni Pujiastuti, M.Kes
NIP 196705171996012001

Pembimbing Ketua,



drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MD.Sc
NIP 197905052005011005

Pembimbing Anggota,



drg. Nadie Fatimatuzzahro, MD.Sc
NIP 198204242008012022

Mengesahkan

Dekan Fakultas Kedokteran Gigi
Universitas Jember,



drg. Hj. Herniyati, M. Kes
NIP 195909061985032001

RINGKASAN

Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai *Bone Graft* Sintetis Menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* Dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*; R.Aj. Mahardhika Safanti Prabaningtyas; 111610101049; 2015; 45 halaman; Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

Resorpsi tulang alveolar yang berlebihan dapat meningkatkan kesulitan perawatan di bidang kedokteran gigi. Untuk itu perlu dilakukan suatu terapi yang bersifat regeneratif seperti *bone graft*. Pada perkembangannya sudah banyak digunakan bahan *bone graft* sintetis berasal dari hidroksiapatit. Hidroksiapatit merupakan anggota kelompok mineral apatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, memiliki gambaran identik dengan jaringan keras seperti tulang, dentin dan enamel serta mempunyai sifat biokompatibel, bioaktif, dan osteokonduktif. Saat ini hidroksiapatit sintetis banyak didominasi produk dari Jepang dan Korea sedangkan ketersediaan kalsit di Indonesia yang dapat disintesis menjadi hidroksiapatit sangat melimpah, untuk itu peneliti ingin membuat *bone graft* sintetis dengan bahan dasar dari kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo.

Penelitian ini membuat hidroksiapatit dengan metode hidrotermal *microwave* dan dilakukan uji untuk mengetahui karakteristik fisika dan kimia hidroksiapatit sintesis kalsit. Karakteristik fisika (komposisi, kemurnian, dan struktur kristal) dilihat menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan karakteristik kimia (gugus fungsi dan senyawa penyusun) dilihat menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* yang kemudian dibandingkan dengan karakteristik HAP 200 Jepang.

Berdasarkan hasil penelitian menggunakan karakterisasi XRD dan FTIR didapatkan kemiripan sifat fisika dan kimia antara hidroksiapatit sintesis kalsit PT. Dwi Selogiri Mas Sidoarjo dengan hidroksiapatit stokiometri dan HAP 200 Jepang dengan ditemukannya karbonat yang berasal dari kalsit dan hidroksil.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT, atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (Pt. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai *Bone Graft* Sintetis Menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* Dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. drg. Hj. Herniyati, M. Kes, selaku Dekan Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember yang telah memberikan kesempatan untuk melakukan penelitian hingga selesainya penulisan ini;
2. drg. Amiyatun Naini, M. Kes., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan perhatian dan motivasi kepada saya;
3. drg. Hengky Bowo Ardhiyanto, MD.Sc., selaku Dosen Pembimbing Utama dan drg. Nadie Fatimatuzzahro, MD.Sc., selaku Dosen Pembimbing Pendamping yang telah memberi bimbingan, saran, motivasi dan meluangkan waktu untuk membimbing penyusunan skripsi ini;
4. drg. Lusi Hidayati, M.Kes., selaku Dosen Penguji Ketua dan drg. Peni Pujiastuti, M.Kes., selaku Dosen Penguji Anggota yang telah memberi masukan, saran dan waktu sehingga skripsi ini dapat terselesaikan;
5. Ayahanda dr. H. Haryo Prabancono, Sp.S (alm) tercinta
6. Ayahanda Ir. Agus Haryanto dan Ibunda Farida Ariani, S. E yang memberikan kasih sayang tak terhingga, air mata dalam doa yang tiada henti untuk semua harapan dan masa depan putra-putrinya;

7. Kakakku R.Aj. Hanindia Riani Prabaningtyas dan R.Aj. Rizka Fiani Prabaningtyas serta adikku Yudi Candra Kurniawan dan Indra Surya Iwanata yang telah memberi semangat dan nasihat-nasihat;
8. Guru-guru dari TK sampai PT yang telah memberikan ilmu dan bimbingannya;
9. Seluruh Analis dan Karyawan Laboratorium *Bio Science* Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember yang telah membantu dalam proses penyelesaian skripsi ini;
10. Vananda Duanta Kantasa yang telah menemani hingga diselesaikannya skripsi ini, terima kasih atas segala dukungan, semangat, dan doa yang diberikan.
11. Teman seperjuangan Ega Sofiana, Vanda Ayu K. H, Ratih Delio R, Alindia Destasari, Asyiah Hamazah I, dan Dwi Sri Lestari terima kasih atas kerja sama, canda tawa, bantuan dan motivasi dalam menyelesaikan skripsi ini;
12. Sahabat-sahabatku, dan lain-lainnya yang tidak bisa disebutkan semuanya. Semoga persahabatan kita abadi meski terpisah oleh ruang dan waktu;
13. Angkatan 2011, yang telah bersama-sama selama hampir 4 tahun ini. Terima kasih atas rasa kekeluargaan, solidaritas kalian dan semoga kita menjadi dokter gigi yang bermanfaat;
14. Almamater tercinta Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember;
15. Semua pihak yang terlibat baik langsung maupun tidak langsung dalam penyelesaian skripsi ini;

Penulis menyadari kesempurnaan hanya milik Allah SWT, maka dari itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk membantu melengkapi dan menyempurnakan skripsi ini. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, khususnya dalam bidang kedokteran gigi.

Jember, April 2015

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERBIMBINGAN	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 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Bone Graft	5
2.1.1 Definisi <i>Bone Graft</i>	5
2.1.2 Fungsi <i>Bone Graft</i>	5
2.1.3 Macam <i>Bone Graft</i>	6
2.2 Hidroksiapatit	8
2.2.1 Definisi hidroksiapatit	8
2.2.2 Karakteristik hidroksiapatit	8

2.2.3	Macam hidroksiapatit	10
2.3	Kalsit	10
2.3.1	Definisi dan karakteristik kalsit.....	10
2.3.2	Jenis kalsit.....	12
2.3.3	Pengolahan kalsit menjadi hidroksiapatit	13
2.4	<i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	15
2.5	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	16
BAB 3.	METODE PENELITIAN	18
3.1	Jenis, Waktu, dan Tempat Penelitian	18
3.1.1	Jenis Penelitian	18
3.1.2	Tempat dan Waktu Penelitian	18
3.2	Variabel Penelitian	18
3.2.1	Variabel Bebas	18
3.2.2	Variabel Terikat	18
3.2.3	Variabel Terkendali	18
3.3	Definisi Operasional Penelitian	19
3.3.1	Karakteristik hidroksiapatit	19
3.3.2	Hidrotermal <i>microwave</i>	19
3.3.3	<i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	19
3.3.4	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	19
3.3.5	HA 200 Jepang.....	20
3.3.6	Kalsit PT. Dwi Selogiri Mas Sidoarjo.....	20
3.4	Sampel Penelitian	20
3.5	Alat dan Bahan Penelitian	20
3.5.1	Alat Penelitian	20
3.5.2	Bahan Penelitian	21
3.6	Prosedur Penelitian	21
3.6.1	Sintesis hidroksiapatit	21

3.6.2 Karakterisasi hidroksiapatit sintesis kalsit dan HA 200	
Jepang.....	22
3.7 Analisis Data	22
3.8 Alur Penelitian	23
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Hasil dan Analisis Data Penelitian	24
4.1.1 Hasil karakterisasi XRD	24
4.1.2 Hasil karakterisasi FTIR.....	26
4.3 Pembahasan	28
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN	36

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi kalsit (Sucofindo, 2011).....	12
4.1 Posisi puncak data XRD yang menunjukkan komposisi secara kualitatif hidroksiapatit sintesis kalsit identik dengan hidroksiapatit stokiometri dan HA 200 Jepang serta menunjukkan adanya pengotor dalam hidroksiapatit sintesis kalsit.	25
4.2 Data hasil analisa kuantitatif yang menunjukkan struktur dan bentuk kristal hidroksiapatit sintesis kalsit, hidroksiapatit stokiometri, dan HA 200 Jepang	25
4.3 Data puncak grafik FTIR menunjukkan gugus fungsi dan senyawa yang dimiliki kalsit, hidroksiapatit sintesis kalsit dan HA 200 Jepang.....	27

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Kristal Hidroksiapatit	8
2.2 Kalsit	11
2.3 Pengolahan kalsit	13
2.4 Skema cara kerja XRD.....	15
2.5 Cara kerja FTIR.....	17
4.1 Grafik hasil karakterisasi XRD hidroksiapatit sintesis kalsit (I), HA 200 Jepang (II), hidroksiapatit stokiometri JCPDS 9-432 (III), Kalsit stokiometri JCPDS 5-586 (IV).....	24
4.2 Grafik hasil karakterisasi FTIR kalsit (I), HA 200 Jepang (II), dan hidroksiapatit sintesis kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo (III)	26

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Hasil analisa XRD	36
B. Hasil analisa FTIR	39
C. Foto Kegiatan Penelitian	40

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tulang alveolar adalah bagian dari maksila dan mandibula yang menyediakan perlekatan tulang pada ligamen periodontal sehingga dapat berfungsi sebagai pendukung soket gigi (alveoli). Ketinggian dan kepadatan tulang alveolar diatur secara seimbang oleh faktor lokal dan sistemik antara pembentukan dan resorpsi tulang. Resorpsi tulang alveolar adalah kehilangan jumlah tulang yang melebihi pembentukan tulang yang normal (Carranza, 2006). Resorpsi tulang alveolar dapat disebabkan oleh proses fisiologis maupun patologis. Contoh dari proses fisiologis adalah terjadinya resorpsi tulang alveolar setelah dilakukan pencabutan gigi dan contoh proses patologis adalah resorpsi tulang alveolar yang disebabkan oleh penyakit periodontal (Bhushan dkk., 2002). Berkurangnya ketinggian dan ketebalan tulang alveolar yang tidak segera ditangani dapat mempengaruhi tingkat kesulitan perawatan dibidang kedokteran gigi seperti perawatan implan dan perawatan prostodonti yang membutuhkan dukungan tulang alveolar yang adekuat. Untuk itu perlu dilakukan suatu terapi yang bersifat regeneratif agar resorpsi tulang alveolar tidak menjadi lebih parah (Reksoprojo, 2001).

Berbagai bahan dan teknik digunakan sebagai terapi regeneratif untuk menangani masalah resorpsi tulang seperti *bone graft*, *guided tissue regeneration (GTR)*, *growth factors* atau bahan yang berperan dalam pertumbuhan dan diferensiasi sel-sel periodontal (Lecovik, 2001). *Bone graft* adalah tulang yang ditransplantasikan dari satu area di skeletal ke area lainnya untuk membantu penyembuhan, penguatan dan perbaikan fungsi. Beberapa aplikasi *bone graft* di dalam rongga mulut digunakan untuk merangsang pertumbuhan tulang yang hilang akibat penyakit periodontal, membentuk tulang rahang yang tidak adekuat untuk perawatan implan, dan memperbaiki kerusakan tulang rahang akibat infeksi

gigi atau gigi impaksi. Bahan *bone graft* dapat diambil dari tulang sehat pasien sendiri (*autograft*), tulang donor yang telah dibekukan (*allograft*), atau tulang yang berasal dari hewan (*xenograft*) (Joseph, 2010).

Pada perkembangannya sudah banyak digunakan bahan biomaterial pengganti *bone graft*. Biomaterial adalah material sintesis yang digunakan untuk mengganti bagian dari sistem yang hidup dan berfungsi dengan cara kontak langsung dengan jaringan hidup dan mampu berinteraksi dengan sistem biologis (Park dkk., 2007). Biomaterial yang biasa digunakan dalam menunjang proses penyembuhan tulang adalah biokeramik yang merupakan salah jenis bahan keramik modern yang digunakan dalam keperluan medis dan dental industri, terutama sebagai implan atau organ pengganti (Park dkk., 2007). Contoh biokeramik adalah hidroksiapatit, dan trikalsium fosfat, komposit serta bahan polimer seperti kitosan (Rimondini dkk, 2004).

Salah satu bahan biokeramik yang sering digunakan dalam aplikasi biomedis adalah hidroksiapatit yang merupakan anggota kelompok mineral apatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dan memiliki gambaran identik dengan jaringan keras seperti tulang, dentin dan enamel. Hidroksiapatit mempunyai sifat dapat menyesuaikan dengan kecocokan tubuh manusia (biokompatibel), dapat menyatu dengan tulang manusia (bioaktif) dan dapat menstimulasi pertumbuhan dan pembentukan tulang (osteokonduktif) (Bronzino, 2006).

Permasalahan yang muncul adalah produk hidroksiapatit saat ini banyak didominasi produk dari Jepang dan Korea, sehingga untuk memenuhi kebutuhan hidroksiapatit Indonesia masih impor. Hal ini berdampak pada mahalnya harga hidroksiapatit contohnya HA 200 Jepang yang banyak diimpor ke Indonesia dengan harga mencapai Rp 2.000.000/5 gram (Herliansyah, 2010)

Pembuatan hidroksiapatit dapat dilakukan dengan menggunakan sumber-sumber kalsium alami dan sintetik. Penelitian terdahulu telah meneliti pembuatan hidroksiapatit menggunakan sumber kalsium alami seperti limbah cangkang kerang dan cangkang telur, namun ketersediannya sangat terbatas. Salah satu sumber kalsium

yang dapat digunakan adalah kalsit yang merupakan mineral utama pembentuk batu kapur, dengan unsur kimia pembentuknya terdiri dari kalsium (Ca) dan karbonat (CO_3) dan merupakan bahan kalsium karbonat alam yang paling umum (Pudjaatmaka, 2002).

Indonesia memiliki potensi kekayaan alam yang melimpah, salah satunya sumber daya mineral kalsit yang didapatkan dari pegunungan kapur di Indonesia. Sebagian besar cadangan batu kapur di Indonesia terdapat di sepanjang pantai barat Sumatera, Jawa bagian selatan dan utara (sebagian kecil) (Madiadipoera, 1999). Salah satu bagian jawa yang memiliki cadangan kalsit yang besar adalah Sidoarjo. Peneliti ingin menggunakan kalsit dari PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo karena kalsit yang diproduksi telah memiliki sertifikat dari Sucofindo sehingga kandungan yang terdapat didalamnya dapat terpantau. Kalsit dari PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo termasuk jenis *light calcite* yaitu kalsit yang sudah diproses secara modern dengan pemanasan sehingga menghasilkan kalsit dengan ukuran butir 800 Mesh, kandungan CaCO_3 tinggi, dan kandungan material pengotor yang rendah (Sucofindo, 2011) .

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik (komposisi, kemurnian, struktur, gugus fungsi, dan senyawa penyusun) serbuk hidroksiapatit dari kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo yang disintesis melalui metode hidrotermal *microwave* sehingga dapat dimanfaatkan sebagai *bone graft*. Karakteristik fisika (komposisi, kemurnian, dan struktur) hidroksiapatit sintesis kalsit dilihat menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* yang dicocokkan dengan karakteristik hidroksiapatit dan kalsit stokiometri yang didapat dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)*, kemudian dibandingkan dengan karakteristik HA 200 Jepang. Karakteristik kimia (gugus fungsi dan senyawa) hidroksiapatit sintesis kalsit dilihat menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* yang dicocokkan dengan karakteristik kimia kalsit dan HA 200 Jepang.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian tersebut, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan bagaimana karakteristik (komposisi, kemurnian, struktur, gugus fungsi, dan senyawa penyusun) serbuk hidroksiapatit sintesis kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo setelah dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* ?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik (komposisi, kemurnian, struktur, gugus fungsi, dan senyawa penyusun) serbuk hidroksiapatit sintesis kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo setelah dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Hasil penelitian ini, diharapkan dapat mengetahui karakteristik (komposisi, kemurnian, struktur, gugus fungsi, dan senyawa penyusun) serbuk hidroksiapatit yang disintesis dari kalsit PT. Dwi Selogiri Mas Sidoarjo setelah dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.
2. Memanfaatkan kalsit PT. Dwi Selogiri Mas Sidoarjo sebagai *bone graft*.
3. Dapat digunakan sebagai acuan untuk dilakukan penelitian selanjutnya.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Bone Graft*

2.1.1 Definisi *Bone Graft*

Bone Graft adalah bagian jaringan tulang yang diambil dari satu tempat dan ditransplantasikan ke tempat lain yang mengalami kerusakan tulang, baik pada individu yang sama maupun yang berlainan. Suatu kerusakan tulang didefinisikan sebagai suatu celah pada tulang yang membutuhkan pengisian tulang baru. Definisi tersebut berlaku untuk pengisian tulang pada kerusakan periodontal, pemasangan implan dan ruang yang terjadi setelah operasi. Tujuannya adalah untuk memperbaiki suatu cacat yang disebabkan oleh penyakit, kecelakaan, atau anomali pertumbuhan dan perkembangan (Joseph, 2010).

2.1.2 Fungsi *Bone Graft*

Menurut Laurencin (2003) secara garis besar terdapat dua fungsi utama *bone graft* terhadap tulang resipien yaitu mendorong terjadinya *osteogenesis* (pembentukan tulang) dan memberi dukungan mekanis pada kerangka *resipien* (*mechanical support*). Mekanisme *bone graft* untuk mendorong osteogenesis dapat melalui 3 cara, yaitu :

- a. Membelah diri, yaitu sel pada permukaan graft dan tulang yang masih hidup saat dipindahkan, kemudian membelah diri dan membentuk tulang baru. Hal ini dapat terjadi pada *cancelous autograft* dan *fresh cortical graft*.
- b. Osteoinduksi, yaitu proses menarik sel pluripotensial dari resipien yang terdapat disekitar *bone graft* dan tulang. Osteoinduksi terjadi pada saat mediator osteoinduksi yaitu *Bone Morphogenic Protein* (BMP) yang terdapat pada *bone graft* dan tulang diaktivasi. Mediator osteoinduksi merupakan glikoprotein yang

dapat ditemukan pada tulang yang terdemineralisasi dan juga ditemukan pada *autograft*, *allograft*, dan *fresh bone osteogenins*.

- c. Osteokonduksi, yaitu proses resorpsi *bone graft* yang kemudian diganti oleh tulang baru dari resipien secara bertahap. Kontribusi *graft* dimulai dengan membuat kerangka sebagai matrik tulang di jaringan resipien kemudian dilanjutkan dengan stimulasi pembentukan tulang sebagai proses osteoinduksi.

2.1.3 Macam *Bone Graft*

Perkembangan bahan yang digunakan sebagai *bone graft* kini sudah sangat pesat. Beberapa jenis *bone graft* sudah digunakan secara luas dalam dunia medis. Berikut merupakan macam-macam *bone graft* (Laurencin, 2003).

a. *Autograft*

Autograft merupakan *bone graft* yang ditransplantasikan langsung dari satu area skeletal seorang individu ke area skeletal lain ditubuhnya. Sering juga dikenal sebagai *autogenous* atau *autologous bone graft*. Pada sebagian besar kasus termasuk regio maksilofasial, tipe ini yang paling diminati. Bahan *bone graft* dicangkok atau diambil dari tulang kalvaria, panggul, iga, atau kaki. *Autograft* paling aman digunakan karena beresiko rendah terhadap transmisi penyakit. Kelemahan dari bahan ini adalah diperlukannya pembedahan pada bagian lain tubuh pasien sehingga menyebabkan trauma yang lebih besar.

b. *Allograft*

Allograft adalah jaringan yang ditransplantasikan dari seseorang kepada yang lain. *Allograft* memiliki kemampuan menginduksi regenerasi tulang tetapi bahan ini juga dapat menimbulkan respon jaringan yang merugikan dan respon penolakan hospes.

c. *Xenograft*

Xenograft adalah *bone graft* yang diambil dari spesies yang berbeda, biasanya berasal dari lembu atau babi, untuk digunakan pada manusia. *Bone*

graft yang berasal dari tulang lembu di buat melalui proses kimia (Bio-Oss) atau pemanasan tinggi. Proses ini menghasilkan suatu tulang hidroksiapatit alami yang serupa dengan struktur mikroporositas dan makroporositas tulang manusia.

d. *Bone graft* sintesis

Berbagai bahan buatan telah digunakan secara luas untuk mengisi defek tulang. *Bone graft* sintesis dapat dibuat dari berbagai macam bahan yang didesain hingga menyerupai karakteristik dari tulang dan memiliki sifat ideal *bone graft* yaitu osteointegrasi, osteokonduksi, biokompatibel, menunjukkan reaksi fibrosis minimal, mendukung pembentukan tulang baru, dan harus memiliki kekuatan yang sama dari tulang kortikal/kanselus yang digantikan. *Bone graft* sintesis harus memiliki modulus elastisitas yang serupa dengan tulang untuk mencegah tekanan pada pertautan tulang dengan *bone graft* yang dapat menyebabkan fraktur (Moore, 2001).

Pada perkembangannya sudah banyak digunakan bahan pengganti *bone graft* berupa biomaterial. Biomaterial adalah material sintesis yang digunakan untuk mengganti bagian dari sistem yang hidup dan mampu berinteraksi dengan sistem biologis. Biomaterial yang biasa digunakan dalam menunjang proses penyembuhan tulang berasal dari bahan sintetik non-logam yang bisa didapatkan dari bahan biokeramik (Park dkk., 2007).

Biokeramik adalah salah satu jenis bahan keramik modern yang memiliki kekuatan tekan yang tinggi dan resisten terhadap perubahan bentuk, sehingga sering digunakan dalam keperluan medis dan dental industri sebagai implan atau organ pengganti (Park dkk., 2007). Contoh biokeramik adalah hidroksiapatit, trikalsium fosfat, komposit dan bahan polimer seperti kitosan (Rimondini dkk., 2004). Bahan biokeramik yang sering digunakan sebagai *bone graft* adalah hidroksiapatit yang memiliki karakteristik identik dengan tulang (Laurencin, 2003).

Produksi hidroksiapatit sebagai *bone graft* saat ini banyak didominasi produk dari Jepang dan Korea sehingga untuk memenuhi kebutuhan

hidroksiapatit Indonesia masih impor. Hal ini berdampak pada mahalnya harga hidroksiapatit. Contoh hidroksiapatit yang banyak diimpor ke Indonesia adalah HA 200 Jepang dengan harga mencapai Rp 2.000.000 setiap 5 gram (Herliansyah, 2010).

2.2 Hidroksiapatit

2.2.1 Definisi Hidroksiapatit

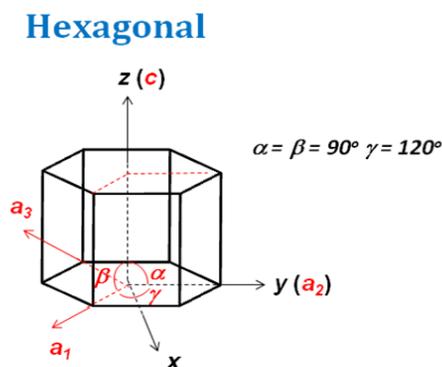
Hidroksiapatit merupakan kelompok mineral apatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit termasuk dalam material anorganik yang secara kimia dan fisika kandungan mineralnya sama dengan tulang dan gigi manusia. Bentuk awal dari hidroksiapatit ini adalah kalsium apatit dengan formula $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, tetapi lazimnya ditulis $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ untuk menunjukkan unit sel kristalnya mengandung dua molekul (Syukri, 2008).

2.2.2 Karakteristik Hidroksiapatit

Hidroksiapatit memiliki sifat-sifat sebagai berikut :

a. Struktur Kristal

Hidroksiapatit memiliki struktur kristal dengan parameter kisi $a_1 = a_2 = a_3 = 9.423 \text{ \AA}$ dan $c = 6.875 \text{ \AA}$ yang menunjukkan bahwa kristal hidroksiapatit berbentuk heksagonal (Syukri, 2008).



Gambar 2.1 Struktur Kristal Hidroksiapatit (Syukri, 2008)

b. Sifat Mekanik

Sifat mekanik hidroksiapatit yang disintesis bervariasi, hal ini dikarenakan adanya variasi struktur seperti pengaruh porositas, ukuran butir, adanya pengotor, dan proses pembuatan hidroksiapatit yang bervariasi. Rasio perbandingan Ca/P juga berpengaruh terhadap sifat mekanik hidroksiapatit. Semakin besar perbandingan rasio Ca/P maka kekuatannya akan semakin meningkat, namun perbandingan tersebut akan mencapai maksimum pada $\text{Ca/P} = 1,67$. Sifat mekanik hidroksiapatit akan turun apabila perbandingan $\text{Ca/P} > 1,67$ atau $\text{Ca/P} < 1,67$ (Suryadi, 2011). Jika konsentrasi masing-masing komponen penyusun senyawa hidroksiapatit yang ingin disintesis diketahui kadarnya, maka akan mudah melakukan pendekatan dengan menggunakan rasio ini (Rocha, 2005).

c. Sifat Hidroksiapatit sebagai *Bone Graft*

Hidroksiapatit memiliki tiga sifat utama yang ideal sebagai bone graft yaitu biokompatibel karena dapat menyesuaikan dengan kecocokan tubuh manusia dan tidak menyebabkan reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh manusia, bioaktif karena dapat menyatu dengan tulang manusia dengan membentuk suatu lapisan apatit biologis sehingga terbentuk ikatan kimia langsung dengan tulang dan osteokonduktif karena dapat menstimulasi pertumbuhan dan pembentukan tulang. Contoh penggunaan hidroksiapatit di bidang kedokteran gigi digunakan sebagai bahan pelapis logam untuk meningkatkan kemampuan mengikat tulang, meningkatkan sifat biokompatibel dan pelapis tulang buatan yang dimasukkan ke dalam tubuh manusia untuk memberikan sifat keras pada jaringan tulang (Sarbijt, 2013). Ketiga sifat tersebut bergantung pada beberapa faktor seperti derajat kristalinitas, ukuran kristalit, kondisi pada saat diproses (suhu dan tekanan), dan porositas (Suryadi, 2011).

2.2.3 Macam Hidroksiapatit

Hidroksiapatit dapat dibedakan berdasarkan ion yang menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit dan berdasarkan ukuran serbuknya. Berikut macam-macam hidroksiapatit.

a. Berdasarkan gugus penyusunnya

Salah satu ion yang banyak menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit adalah ion karbonat. Terdapat dua mekanisme substitusi gugus karbonat dalam senyawa hidroksiapatit, yaitu pada saat proses pemanasan dengan temperatur rendah ion karbonat menggantikan gugus pospat menghasilkan apatit karbonat tipe B, sedangkan pada saat proses pemanasan dengan temperatur tinggi ion karbonat menggantikan gugus karboksil menghasilkan apatit karbonat tipe A (Qori, 2008).

b. Berdasarkan ukuran serbuk

Hidroksiapatit dapat digunakan dalam bentuk serbuk maupun bentuk blok untuk mengganti cacat tulang atau rongga yang terjadi karena trauma atau kanker tulang (Moore, 2001). Berdasarkan penelitian Rocha (2005), hidroksiapatit yang berasal dari pengolahan serbuk memiliki potensi yang besar sebagai pengganti tulang karena sifatnya yang mudah terserap oleh tulang dan dapat diterima oleh tubuh. Terdapat dua macam hidroksiapatit serbuk yaitu hidroksiapatit ukuran mikro dan nano. Hidroksiapatit dengan ukuran mikro memiliki luas permukaan yang kecil dan memiliki ikatan kristal yang kuat sehingga mudah diserap oleh tubuh, meningkatkan biostabilitas dan kekuatan, sedangkan hidroksiapatit dengan struktur nano memiliki kerapatan, kekuatan dan sifat bioaktif yang lebih baik.

2.3 Kalsit

2.3.1 Definisi dan karakteristik kalsit

Endapan kalsit merupakan hasil restrukturisasi batu gamping yang mengkristal setelah mengalami proses pelarutan. Umumnya terjadi pada batu gamping atau

marmer dalam masa kristalin yang berlapis dan berupa stalaktit dan stalakmit. Kalsit yang berkomposisi kimia CaCO_3 dapat ditemukan dalam keadaan murni dan tidak murni, tergantung pada kandungan mineral pengotornya. Mineral pengotor ini terbentuk karena adanya substitusi unsur Ca oleh unsur logam seperti Mg, Fe, Mn. Dalam prosentase tertentu mineral pengotor kalsit akan membentuk mineral kapur lain seperti dolomit (Chang, 1998).

Susunan senyawa dalam mineral kalsit (CaCO_3) dengan komposisi Ca = 40,04 %; C = 12,0 %; O = 47,96 % atau CaO = 56,03 %; CO_2 = 43,96 %, sedangkan mineral dolomit (CaMgCO_3) dengan komposisi Ca=21,73%, Mg=13,18%, C=13,03%, O=52,06%, CaO=30,4%, MgO=21,7%, CO_2 =47,9% (Harjanto, 2001).



Gambar 2.2 Kalsit (Sukandarrumidi, 2004)

Cadangan kalsit di Indonesia sangat melimpah, sebagian besar tersebar di pegunungan kapur yang ada di Indonesia. Sumber daya mineral yang melimpah memunculkan banyak industri pengolahan batu kapur menjadi mineral kalsit. Salah satu wilayah yang menjadi pusat produksi kalsit adalah PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo dengan kalsit yang sudah diuji dan memiliki sertifikat dari SUCOFINDO dengan komposisi yang dapat dilihat pada Tabel 2.1.

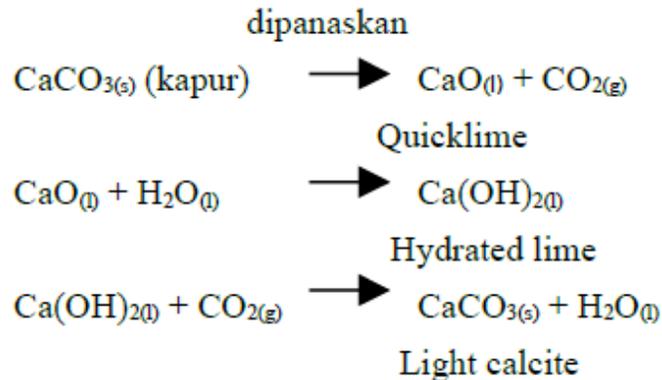
Tabel 2.1 Komposisi kalsit (Sucofindo, 2011)

Parameter	Unit	Jumlah
Al ₂ O ₃	% wt	0,05
Fe ₂ O ₃	% wt	0,09
Cr ₂ O ₃	% wt	0,01
Free Water	% wt	1,11
K ₂ O	% wt	0,01
CaCO ₃	% wt	98,65
CaO	% wt	55,29
MgCO ₃	% wt	0,54
MgO	% wt	0,26
MnO ₂	% wt	0,01
Na ₂ O	% wt	0,01
SiO ₂	% wt	0,52
Brightness		81,60

2.3.2 Jenis kalsit

Berdasarkan pengolahannya terdapat dua jenis kalsit yaitu *heavy calcite* dan *light calcite*. *Heavy calcite* merupakan kalsit yang diolah secara sederhana yaitu dengan menghilangkan kotoran yang melekat kemudian dilakukan penghancuran dan di ayak sesuai dengan ukuran yang di inginkan. Untuk mendapatkan ukuran butir halus (<12 mesh) dipecahkan dengan *hammer mill*, dan untuk mendapatkan ukuran yang sangat halus (\pm 200 mesh) digunakan *super mill*. *Light calcite* merupakan kalsit yang diolah melalui proses kalsinasi. Reduksi ukuran terlebih dahulu dilakukan terhadap batu kapur kemudian dilakukan proses kalsinasi dengan memasukkan kapur yang telah direduksi ke dalam tungku dan dipanaskan sampai suhu 1000 – 3000 °C yang akan menghasilkan kapur tohor dan gas CO₂. Dilakukan penambahan air secukupnya terhadap kapur tohor dan penambahan kapur kembali untuk mengikat unsur Ca, sehingga akan diperoleh CaCO₃ dan air. Kalsium karbonat inilah yang dikenal dengan *light calcite*. Kelebihan dari metode ini adalah produk yang

dihasilkan memiliki ukuran butir yang lebih halus dan regular serta kemurnian yang tinggi (Madiadipoera, 1999).



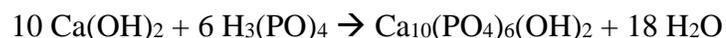
Gambar 2.3 Pengolahan Kalsit (Madiadipoera, 1999)

2.3.3 Pengolahan kalsit menjadi hidroksiapatit

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Dewi (2009), Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) dapat disintesis dari sumber kalsium yang berasal dari kalsium oksida. Kalsium oksida (CaO) dapat diperoleh dari kalsinasi CaCO_3 yang terkandung pada bahan alam seperti cangkang telur dengan mereaksikannya terhadap suatu prekursor fosfat kemudian diproses melalui metode yang bertujuan untuk memperoleh hidroksiapatit dalam bentuk padat, kristalin, atau senyawa lain. Ada beberapa metode yang sering digunakan dalam pembuatan hidroksiapatit yaitu :

a. Metode basah (Metode presipitasi)

Metode basah menggunakan reaksi kimia untuk mengendapkan padatan dari larutannya. Pada metode ini Ca(OH)_2 dan prekursor fosfat seperti H_3PO_4 direaksikan pada temperatur rendah ($< 60^\circ\text{C}$) dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



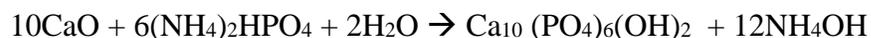
Kelemahan dari metode ini pH, laju penambahan dan pengadukan, serta temperatur pemanasan harus sangat diperhatikan karena akan mempengaruhi struktur hidroksiapatit (Nayak dkk., 2010).

b. Metode sol-gel

Metode sol-gel merupakan metode yang efektif untuk sintesis hidroksiapatit fase nano, karena diperlukan kontrol terhadap beberapa faktor yang mempengaruhi seperti pH dan temperatur. Kelemahan dari proses ini untuk sekali proses tidak menghasilkan cukup banyak hidroksiapatit dan biayanya cukup mahal (Balamurugan dkk., 2006).

c. Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal dapat didefinisikan sebagai proses mineralisasi berupa reaksi kimia yang melibatkan pelarut dengan suhu di atas suhu ruang dan tekanan di atas 1 atmosfer pada sistem tertutup, agar terbentuk kristal yang relatif tidak larut di bawah kondisi normal. Metode hidrotermal pada umumnya mereaksikan CaO yang didapat dari CaCO_3 dengan prekursor fosfat seperti *diamonium hydrogen phosphate* (DHP, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



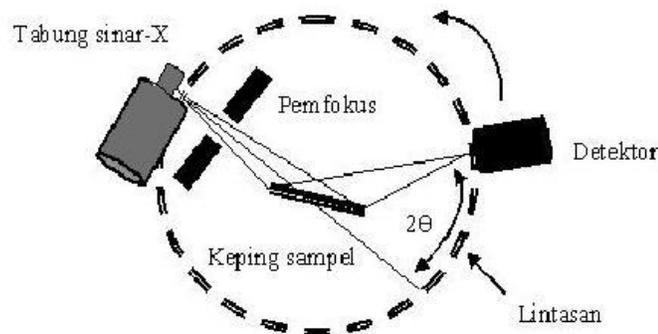
Metode hidrotermal memungkinkan proses pembentukan material yang dapat diproses lebih lanjut, sehingga terbentuk padatan kristal tunggal, partikel murni atau nano-partikel. Kelebihan metode hidrotermal yaitu dapat mempercepat interaksi antara materi padat dan cair, dapat terbentuk fase murni dan material homogen, difusivitas tinggi, viskositas rendah, dan meningkatnya daya larut (Yoshimura, 2008). Terdapat dua jenis metode hidrotermal yaitu metode hidrotermal konvensional dan metode hidrotermal *microwave*. Penggunaan metode hidrotermal *microwave* memiliki tingkat efektifitas dan efisiensi waktu yang lebih tinggi dibandingkan metode hidrotermal konvensional (Nasution, 2006). Berdasarkan penelitian Yoshimura (2008), metode yang dapat

memperoleh kristal dengan kualitas yang baik, kemurnian tinggi, dan reaktivitasnya sangat tinggi adalah dengan metode hidrotermal. Metode ini dapat menggunakan bahan seperti kalsit, brushit, dan monetit.

2.4 X-ray Diffractometer (XRD)

X-ray Diffractometer (XRD) menggunakan prinsip difraksi untuk mengetahui struktur kristal, fasa dan derajat kristalinitas, parameter kisi, kualitas suatu bahan, serta dapat mengetahui jenis unsur dan senyawa yang terkandung dalam material secara kualitatif. Prinsip kerja XRD yaitu ketika sinar-x ditembakkan pada material akan terjadi interaksi antara elektron dalam atom. Beberapa foton hasil tumbukan akan mengalami pembelokan dari arah datang awal ketika foton sinar-x bertumbukan dengan elektron (Menik, 2010).

Difraksi sinar x oleh atom-atom yang tersusun didalam kristal akan menghasilkan pola yang berbeda tergantung pada konfigurasi atom-atom pembentuk kristal dan akan diperoleh informasi berupa posisi puncak pada sudut 2θ dari 10° hingga 80° . Pengaturan sudut goniometer atau pendeteksi intensitas sinar pada XRD akan menghasilkan grafik hubungan antara sudut 2θ dan intensitas sinar x. Grafik hasil XRD kemudian akan secara otomatis dicocokkan dengan grafik difraksi senyawa standardnya yang dimiliki *database Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)*. (Menik, 2010).

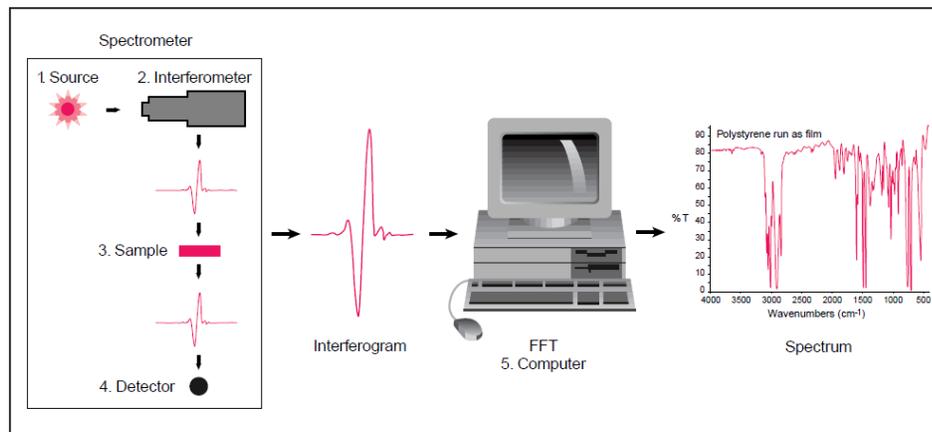


Gambar 2.4 Skema cara kerja XRD (Menik, 2010)

2.5 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra Red (FTIR) merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa penyusun material. Dasar lahirnya spektroskopi FTIR adalah setiap material terdiri dari bahan-bahan kimia baik senyawa, atom, maupun polimer. Setiap material membawa sifat khas dari senyawa-senyawa yang menyusunnya. Sifat-sifat penyusun bahan adalah sifat fisika dan sifat kimia. Salah satu sifat kimia dibawa oleh gugus fungsi dari senyawa penyusun bahan. Masing-masing gugus fungsi dari senyawa mempunyai energi untuk bergetar. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* dapat mendeteksi energi yang diserap oleh tiap gugus fungsi untuk bergetar. Senyawa yang terkandung dalam bahan dapat ditentukan dari jumlah energi yang diserap (frekuensi) (Road, 2001).

Komponen FTIR terdiri dari lima bagian pokok yaitu sumber sinar, interferometer, tempat sampel, detektor dan komputer. Sumber sinar dihasilkan dari pemanasan suatu sumber radiasi dengan listrik sampai suhu antara 1500°K dan 2000°K . Sinar akan masuk ke interferometer dan terjadi proses *spectral encoding* yang menghasilkan sinyal interferogram. Sinyal yang keluar dari interferometer akan diserap sampel, kemudian sinar akan masuk ke detektor untuk pengukuran akhir sinyal interferogram. Sinyal interferogram yang diukur kemudian dikirim ke komputer dimana proses *Fourier transform* berlangsung. Spektrum inframerah terakhir ini kemudian disajikan kepada pengguna untuk interpretasi dan manipulasi lebih lanjut (Road, 2001).



Gambar 2.5 Cara Kerja FTIR (Road, 2001)

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis, Waktu dan Tempat Penelitian

3.1.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah penelitian dengan metode observasional yang bertujuan menggambarkan (mendeskripsi) fenomena yang ditemukan dapat berupa suatu efek atau hasil (Jasaputra, 2008).

3.1.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium *Bio Science* Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember dan laboratorium kimia Universitas Negeri Surabaya. Penelitian ini dilakukan pada bulan Desember 2014.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel Bebas

- a. Kalsit dari PT. Dwi Selo Giri Mas, Sidoarjo, Jawa Timur.
- b. HA 200 Jepang

3.2.2 Variabel Terikat

Karakteristik hidroksiapatit.

3.2.3 Variable Terkendali

- a. Temperatur
- b. Lama waktu pemanasan
- c. Metode sintesis kalsit menjadi hidroksiapatit (*Hydrothermal Microwave*)

3.3 Definisi Operasional Penelitian

3.3.1 Karakteristik hidroksiapatit

Karakteristik hidroksiapatit merupakan suatu ciri khusus yang dimiliki hidroksiapatit yang membedakannya dengan bahan lain. Karakteristik yang dilihat adalah karakteristik fisika yaitu komposisi, kemurnian, dan struktur hidroksiapatit serta karakteristik kimia yaitu gugus fungsi dan senyawa penyusun hidroksiapatit.

3.3.2 Hidrotermal *microwave*

Hidrotermal merupakan metode sintesis hidroksiapatit menggunakan suhu di atas suhu ruang dan tekanan di atas 1 atmosfer pada sistem tertutup. Alat yang digunakan berupa *microwave* dengan daya 400 watt selama 20 menit dan pengeringan endapan menggunakan inkubator pada suhu 50°C selama 5 jam (Ardhiyanto, 2013).

3.3.3 *X-ray diffraction (XRD)*

X-ray diffractometer (XRD) merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui komposisi, kemurnian, dan struktur dari serbuk hidroksiapatit. Sebanyak 5 gram sampel dicetak pada wadah. Sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRD merk Bruker dengan logam target Cuprum (Cu) yang memiliki panjang gelombang 15.4060 Å.

3.3.4 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra Red (FTIR) merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa penyusun material. Sampel ditimbang sebanyak 1 gram kemudian dimasukkan pada tempat khusus dan diletakkan pada tempat sampel alat FTIR merk PerkinElmer.

3.3.5 HA 200 Jepang

HA 200 Jepang adalah merk hidroksiapatit sintesis komersial yang berbentuk bubuk berwarna putih dan digunakan sebagai *bone graft* yang diproduksi oleh pabrik di Jepang dan diimpor ke Indonesia.

3.3.6 Kalsit PT. Dwi Selogiri Mas Sidoarjo

Kalsit PT. Dwi Selogiri Mas Sidorjo adalah merk bubuk kalsit dengan senyawa kimia utama berupa kalsium karbonat (CaCO_3) yang diproduksi oleh pabrik dan biasa digunakan sebagai campuran untuk pembuatan bahan bangunan.

3.4 Sampel Penelitian

Sampel penelitian diambil dari HA 200 Jepang sebagai kelompok pembanding dan kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo yang disintesis menjadi hidroksiapatit sebagai kelompok perlakuan. Dibutuhkan 6 gram bubuk dari masing-masing kelompok yang disesuaikan dengan kebutuhan alat karakterisasi yaitu 5 gram untuk uji XRD dan 1 gram untuk uji FTIR.

3.5 Alat dan Bahan Penelitian

3.5.1 Alat

- a. Wadah sampel
- b. Petridish
- c. Corong
- d. Gelas ukur
- e. Wadah Teflon
- f. *Magnetic stirrer*
- g. Neraca digital (Boeco, Germany)
- h. Kertas saring (Whatman)
- i. Oven
- j. Inkubator

- k. *Microwave* (Electrolux)
- l. *X-ray diffractometer (XRD)* (Bruker)
- m. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* (PerkinElmer)

3.5.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

- a. Kalsit PT. Dwi Selo Giri Mas, Sidoarjo
- b. HA 200 Jepang
- c. *Diammonium Hydrogen Phosphate* (DHP, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$)
- d. Akuades

3.6 Prosedur Penelitian

3.6.1 Sintesis Hidroksiapatit

- a. Kalsinasi

Kalsit dikalsinasi melalui proses endotermik dan dekomposisi karbonat dan hidroksida dengan cara memanaskan kalsit dalam oven dengan kenaikan temperature bertahap 3°C per menit hingga mencapai suhu 900°C dan dipertahankan selama 2 jam.

- b. Pembuatan larutan *diamonium hydrogen phosphat* (DHP) 0,5 M dengan cara melarutkan serbuk DHP 132 M sebanyak 66 gr dalam akuades sebanyak 1 liter kemudian dicampur dengan *magnetic stirrer*.
- c. Proses Hidrotermal Microwave
 - 1) Pencampuran serbuk kalsit yang sudah dikalsinasi sebanyak 0,5 gr dengan larutan DHP 0,5 M sebanyak 40 ml di dalam wadah teflon dengan *magnetic stirrer* selama 10 menit.
 - 2) Hasil campuran tersebut kemudian dipanaskan dengan microwave pada daya 400 watt selama 20 menit.
 - 3) Larutan yang didapat disaring dengan kertas saring dan dibilas dengan akuades.

- 4) Endapan yang didapat kemudian dikeringkan dalam inkubator selama 5 jam pada suhu 50°C.
- 5) Mengulangi tahap 1 – 5 hingga didapatkan 6 gram serbuk hidroksiapatit sintesis kalsit.

3.6.2 Karakterisasi hidroksiapatit sintesis kalsit dan HA 200 Jepang

a. *X-Ray Diffractometer (XRD)*

- 1) Sebanyak 5 gram sampel hidroksiapatit sintesis kalsit dicetak dan dipress pada wadah sampel.
- 2) Sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRD dengan sumber Cu yang memiliki panjang gelombang 15.4060 nm.
- 3) Hasil yang tampak pada monitor alat selanjutnya dilakukan interpretasi hasil.
- 4) Mengulangi tahap 1 – 3 untuk karakterisasi HA 200 Jepang.

b. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

- 1) Mempersiapkan sampel 1 gram sampel hidroksiapatit sintesis kalsit.
- 2) Sampel dimasukkan pada tempat sampel kemudian dipress.
- 3) Sampel diletakkan pada alat FTIR merk PerkinElmer.
- 4) Hasil yang tampak pada monitor alat selanjutnya dilakukan interpretasi hasil.
- 5) Mengulangi tahap 1 – 4 untuk karakterisasi HA 200 Jepang.

3.7 Analisis Data

Analisis Deskriptif bertujuan untuk memberikan gambaran umum tentang data yang diperoleh kemudian digunakan untuk menjelaskan karakteristik yang dimiliki obyek penelitian (Jasaputra, 2008).