



**PERBEDAAN FASE KRISTAL MEMBRAN KOMPOSIT NANO  
HYDROXYAPATITE-MAGNESIUM OXIDE (nHA-MgO)  
DENGAN HYDROXYAPATITE-MAGNESIUM OXIDE  
(HA-MgO) MELALUI UJI X-RAY DIFFRACTION (XRD)**

**SKRIPSI  
UNTUK MEMENUHI PERSYARATAN  
MEMPEROLEH GELAR SARJANA**

**OLEH :**

**FANNY RIZKY ANDRIYANI  
NIM: 155070401111033**

**PROGRAM STUDI SARJANA KEDOKTERAN GIGI  
FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG**

**2019**



**LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI**

**PERBEDAAN FASE KRISTAL MEMBRAN KOMPOSIT NANO  
*HYDROXYAPATITE-MAGNESIUM OXIDE (nHA-MgO)*  
DENGAN *HYDROXYAPATITE-MAGNESIUM OXIDE  
(HA-MgO)* MELALUI UJI X-RAY DIFFRACTION (XRD)**

**OLEH :**

**FANNY RIZKY ANDRIYANI**

**NIM: 155070401111033**



**Menyetujui untuk diuji:**

**Pembimbing 1**

**Pembimbing 2**

**Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc**  
**NIP. 195502011985032001**

**drg. Ariyati Retno P., M. Kes**  
**NIP. 2016079001072001**



**HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI**

**PERBEDAAN FASE KRISTAL MEMBRAN KOMPOSIT NANO  
HYDROXYAPATITE-MAGNESIUM OXIDE (nHA-MgO)  
DENGAN HYDROXYAPATITE-MAGNESIUM OXIDE  
(HA-MgO) MELALUI UJI X-RAY DIFFRACTION (XRD)**

**OLEH :**

**FANNY RIZKY ANDRIYANI**

**NIM: 155070401111033**

**Telah diujikan di depan Majelis Penguji pada tanggal 18 Maret  
2019 dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana dalam Bidang Kedokteran Gigi**

**Menyetujui,  
Pembimbing**

**Pembimbing 1**

**Pembimbing 2**

**Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc  
NIP. 195502011985032001**

**drg. Ariyati Retno P., M. Kes  
NIP. 2016079001072001**

**Mengetahui,**

**Ketua Program Studi Pendidikan Dokter Gigi  
Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Brawijaya**

**drg. Yuliana Ratna Kumala, Sp.KG  
NIP. 198004092008122004**



**PERNYATAAN ORISINALITAS SKRIPSI**

Saya menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa sepanjang pengetahuan saya, di dalam naskah skripsi ini tidak terdapat karya ilmiah yang pernah diajukan oleh orang lain untuk memperoleh gelar akademik di suatu perguruan tinggi, dan tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata di dalam naskah skripsi ini dapat dibuktikan terdapat unsur-unsur plagiasi, saya bersedia skripsi ini digugurkan dan gelar akademik yang telah saya peroleh SARJANA dibatalkan, serta diproses sesuai dengan peraturan perundang-undangan yang berlaku (UU No.20 Tahun 2003, Pasal 25 ayat 2 dan Pasal 70).

Malang, 14 Maret 2019

Yang menyatakan,

Fanny Rizky Andriyani  
NIM: 15507040111033

## ABSTRAK

Fanny Rizky Andriyani, NIM: 155070401111033, Program Studi Sarjana Kedokteran Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Brawijaya Malang, 14 Maret 2019, "Perbedaan Fase Kristal Membran Komposit *Nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (nHA-MGO) dengan *Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (HA-MGO) Melalui Uji *X-Ray Diffraction* (XRD)", Tim Pembimbing Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc dan drg. Ariyati Retno Pratiwi, M. Kes.

Periodontitis merupakan salah satu penyakit periodontal yang dapat menyebabkan hilangnya perlekatan dan turunnya tulang alveolar. Terapi yang telah digunakan adalah *Guided Tissue Regeneration* (GTR). Salah satu syarat dari biomaterial pada GTR adalah memiliki sifat biodegradasi. Biodegradasi yang tinggi ditandai dengan derajat kristalinitas yang rendah. *Hydroxyapatite* (HA) merupakan bahan yang sering digunakan pada GTR yang dapat membantu regenerasi jaringan dan tulang serta memiliki sifat biodegradasi. *Hydroxyapatite* (HA) memiliki kelemahan yaitu bersifat rapuh. Pada penelitian sebelumnya penambahan *Magnesium Oxide* (MgO) dapat meningkatkan sifat mekanis HA. Selain itu pada material dengan skala nanometer memiliki sifat mekanis yang lebih baik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan derajat kristalinitas antara membran komposit nHA-MgO dengan membran komposit HA-MgO. Membran komposit dengan penambahan MgO 2 wt% dibuat dengan metode *freeze drying* yang kemudian dilakukan uji karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD). Dari hasil analisis diketahui ukuran kristal membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO adalah sebesar 51,42 nm dan 48,98 nm. Berdasarkan puncak difraksi, membran komposit nHA-MgO memiliki derajat kristalinitas yang lebih rendah dibandingkan membran komposit HA-MgO sehingga mengindikasikan degradasi pada membran komposit nHA-MgO lebih tinggi dibandingkan membran komposit HA-MgO.

**Kata kunci:** *Nano Hydroxyapatite, Magnesium Oxide, freeze drying, X-Ray Diffraction*, derajat kristalinitas.



## ABSTRACT

Fanny Rizky Andriyani, NIM: 155070401111033, Study Program of Dentistry, Brawijaya University Malang, March 14<sup>th</sup> 2019, “The Diffrence of Crystal Phase between *Nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (nHA- MgO) Composite Membrane (nHA- MgO) and *Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (HA-MgO) Composite Membrane with *X-Ray Diffraction* (XRD) Test”, Supervisor: Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc dan drg. Ariyati Retno Pratiwi, M. Kes.

Periodontitis is one of periodontal disease that caused loss of attachment and alveolar bone decrease. Treatment that has been used in periodontitis is *Guided Tissue Regeneration* (GTR). Biomaterial in GTR is require to have a capability of biodegradation. High biodegradation capibility is indicated by low degree of crystallinity. Hydroxyapatite (HA) is a common biomaterial that has been used in GTR. HA helps the process of tissue and bone regeneration and also has a capability of biodegradation. But HA has a disadvantage which is brittle. In previous studies, MgO has been reported to improve the mechanical properties of HA and also there is a mechanical properties improvement in nanoscale material. The aim of this study was to evaluate the difference of crystallinity degree between Nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide (nHA-MgO) composite membrane and Hydroxyapatite-Magnesium Oxide (HA-MgO) composite membrane. The composite membrane in this study was added by 2 wt% of MgO. The composite membrane has been synthesized with Freeze Drying method and characterized with X-Ray Diffraction (XRD). From the results of this study, crystalline size of HA-MgO composite membrane and nHA-MgO composite membrane were found to be 51.42 nm and 48.98 nm. It is apparence that the crystallinity degree of nHA-MgO composite membrane is lower then HA-MgO composite membrane, which indicates that nHA-MgO membrane has higher capability of biodegradation than HA-MgO composite membrane.

**Keywords:** Nano Hydroxyapatite, Magnesium Oxide, freeze drying, X-Ray Diffraction, degree of crystallinity.





## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum wr. wb. Segala puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT, karena berkat rahmat, karunia, dan ridho-Nyalah penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Perbedaan Fase Kristal Membran Komposit *Nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (nHA-MgO) dengan *Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (HA-MgO) melalui Uji *X-Ray Diffraction* (XRD)". Skripsi ini diajukan untuk memenuhi persyaratan memperoleh gelar Sarjana Kedokteran Gigi.

Penulis meyakini bahwa skripsi ini tidak dapat terselesaikan tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. drg. R. Setyohadi, M. S. selaku Dekan Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Brawijaya yang telah mengizinkan penulis menempuh pendidikan di FKG UB ini.
2. drg. Yuliana Ratna Kumala, Sp. KG selaku Kepala Program Studi Pendidikan Dokter Gigi Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Brawijaya.
3. Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran dalam memberikan masukan dan bimbingan kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
4. drg. Ariyati Retno Pratiwi, M. Kes selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran dalam memberikan masukan dan bimbingan kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Prof. Dr. Mohd Zobir Hussein selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran dalam memberikan masukan kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
6. Ir. D. J. Djoko H. Santjojo, M. Phill., Ph.D. selaku dosen pembimbing perihal analisis XRD yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran dalam memberikan masukan dan bimbingan kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
7. Seluruh Dosen dan Staff Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Brawijaya atas segala ilmu yang telah diberikan kepada penulis.
8. Mamah, Ayah, dan Ade Qisya yang selalu memberikan doa, semangat, dan motivasi setiap harinya kepada penulis.
9. Teman-teman kelompok *nanomedicine*, terutama Seffrina dan Meyta sebagai partner yang memberi semangat kepada penulis.



10. Sahabat-sahabatku di Malang Vira, Amer, Kiki, Naba, Nadila, Marsela, Nazva, Sunu, Yoga, dan Faris.

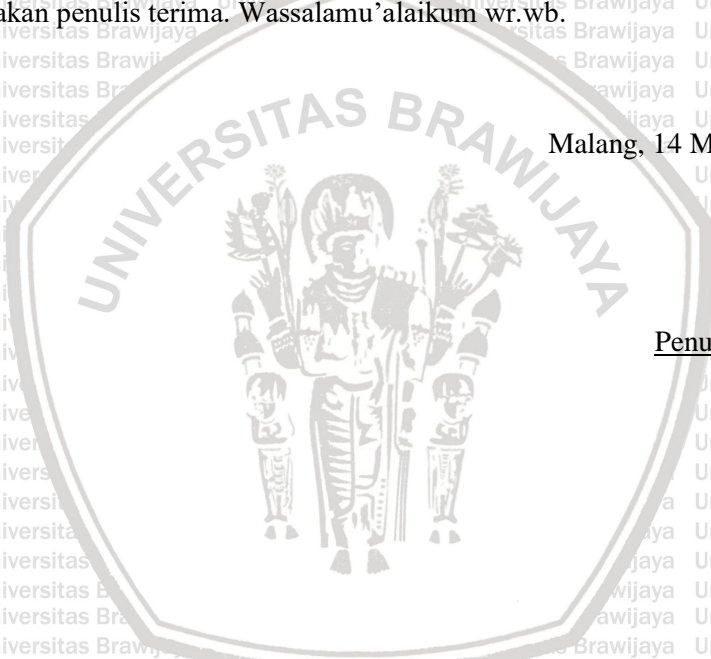
11. Sahabat-sahabatku di Tangerang Yola, Annisa, Ucan, Ersha, Karin, Sarah, Pramana, Rafif, Rama, Nasty, Bayu, Goro, dan Briliyan.

12. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah mendukung penulis sehingga bisa menyelesaikan skripsi ini.

Semoga Allah SWT melimpahkan rahmat-Nya dan membalas semua amal kebaikan mereka. Namun demikian, penulis sangat menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih sangat jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran yang membangun akan penulis terima. Wassalamu'alaikum wr.wb.

Malang, 14 Maret 2019

Penulis





**DAFTAR ISI**

**Halaman**

<b>JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PERSETUJUAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS SKRIPSI</b> .....	iv
<b>ABSTRAK</b> .....	v
<b>ABSTRACT</b> .....	vi
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xv
<b>DAFTAR SINGKATAN</b> .....	xvi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Periodontitis .....	5
2.2 Biomaterial.....	5
2.3 Nanoteknologi .....	6
2.4 Membran <i>Guided Tissue Regeneration</i> (GTR).....	8
2.5 Nano <i>Hydroxyapatite</i> (pHA).....	8
2.6 <i>Magnesium Oxide</i> (MgO) .....	10
2.7 Metode Elektrokimia .....	11
2.8 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	12



<b>BAB III KERANGKA KONSEP DAN HIPOTESIS</b> .....	15
3.1 Kerangka Konsep Penelitian .....	15
3.2 Hipotesis Penelitian .....	16
<b>BAB IV METODE PENELITIAN</b> .....	17
4.1 Rancangan Penelitian .....	17
4.2 Sampel dan Besar Sampel .....	17
4.3 Variabel Penelitian .....	17
4.3.1 Variabel Terikat .....	17
4.3.2 Variabel Bebas .....	18
4.3.3 Variabel Kontrol .....	18
4.4 Definisi Operasional .....	18
4.4.1 <i>Nano Hydroxiteapatite</i> (nHA) .....	18
4.4.2 Membran Komposit nHA-MgO .....	18
4.4.3 Membran Komposit HA-MgO .....	18
4.4.4 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	18
4.5 Lokasi dan Waktu Penelitian .....	18
4.6 Bahan dan Alat/Instrumen Penelitian .....	18
4.6.1 Membran Komposit nHA-MgO .....	18
4.6.2 Membran Komposit HA-MgO .....	19
4.6.3 Uji Fase Kristal .....	19
4.7 Prosedur Penelitian .....	19
4.7.1 Pembuatan Membran Komposit nHA-MgO ..	19
4.7.2 Pembuatan Membran Komposit HA-MgO ....	21
4.7.3 Uji Fase Kristal .....	24
4.8 Analisis Data .....	24
4.9 Alur Penelitian .....	25
<b>BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	27



5.1 Hasil Pembuatan Membran Komposit dengan Metode  
*Freeze Drying* ..... 27

5.2 Hasil Karakterisasi *X-Ray Diffraction (XRD)* ..... 28

**BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN** ..... 37

6.1 Kesimpulan ..... 37

6.2 Saran ..... 37

**DAFTAR PUSTAKA** ..... 39

**LAMPIRAN** ..... 45





**DAFTAR TABEL**

Tabel 5.1 Hasil Pembuatan Membran Komposit dengan Metode *Freeze Drying* ..... 27

Tabel 5.2 Perbandingan posisi puncak difraksi membran HA-MgO dengan data ICSD *Apatite - Heated* (98-005-6311) dan *Magnesium Oxide* (98-017-0905)..... 29

Tabel 5.3 Perbandingan posisi puncak difraksi membran nHA-MgO dengan data ICSD *Apatite - (CaOH)* (98-018-1170) dan *Magnesium Oxide* (98-008-8058)..... 31



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Peningkatan Luas Permukaan .....	6
Gambar 2.2 Struktur Monoklinik HA .....	9
Gambar 2.3 Struktur Heksagonal HA .....	9
Gambar 2.4 Rangkaian Alat Sintesis nHA .....	11
Gambar 2.5 Alat <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	13
Gambar 3.1 Kerangka Konsep .....	15
Gambar 4.1 Rancangan Penelitian .....	17
Gambar 4.2 (a) Memasukkan 1,5 gr PVA ke dalam aquades dan (b) Melarutkan PVA hingga homogen menggunakan <i>magnetic stirrer</i> dengan suhu 80°C.....	20
Gambar 4.3 (a) Memasukkan serbuk nHA ke dalam larutan PVA dan (b) Memasukkan serbuk MgO ke dalam larutan PVA+nHA .....	20
Gambar 4.4 Larutan diaduk selama 75 menit pada suhu 40°C.....	20
Gambar 4.5 Larutan dituangkan pada cetakan dengan d=6 cm .....	21
Gambar 4.6 Cetakan dimasukkan ke dalam alat <i>freeze drying</i> selama semalaman .....	21
Gambar 4.7 Membran dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm .....	21
Gambar 4.8 (a) Memasukkan 1,5 gr PVA ke dalam aquades dan (b) Melarutkan PVA hingga homogen menggunakan <i>magnetic stirrer</i> dengan suhu 80°C.....	22
Gambar 4.9 (a) Memasukkan serbuk HA ke dalam larutan PVA dan (b) Memasukkan serbuk MgO ke dalam larutan PVA+HA .....	22
Gambar 4.10 Larutan diaduk selama 75 menit pada suhu 40°C.....	23
Gambar 4.11 Larutan dituangkan pada cetakan dengan d=6 cm .....	23



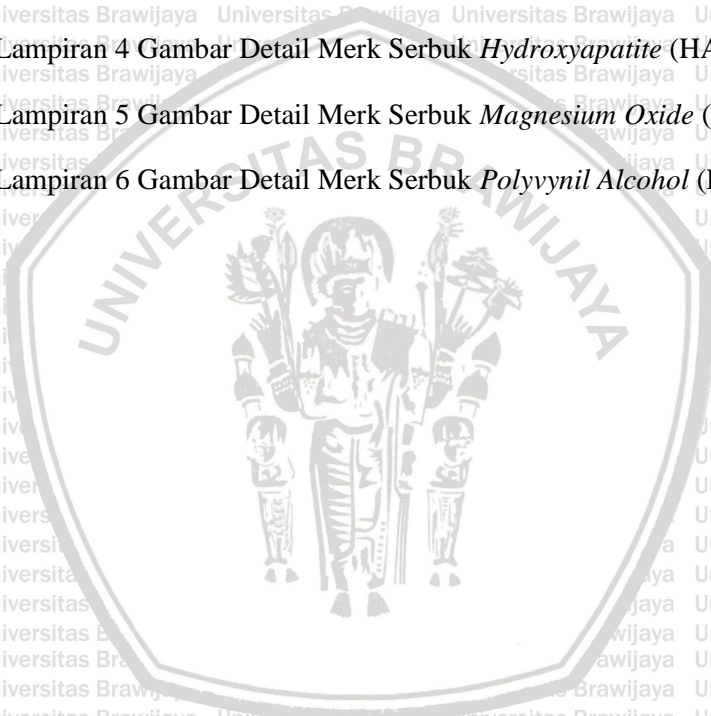
Gambar 4.12 Cetakan dimasukkan ke dalam alat <i>freeze drying</i> selama semalaman .....	23
Gambar 4.13 Membran dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm .....	23
Gambar 4.14 Tampilan dalam <i>software High Score Plus</i> .....	24
Gambar 4.14 Alur Penelitian .....	25
Gambar 5.1 Gambar <i>pattern XRD</i> dari sampel membran komposit HA-MgO yang dicocokkan dengan data ICSD .....	28
Gambar 5.2 Spektrum XRD membran komposit HA-MgO .....	28
Gambar 5.3 Gambar pola XRD dari sampel membran komposit HA-MgO .....	30
Gambar 5.4 Gambar <i>pattern XRD</i> dari sampel membran komposit nHA-MgO yang dicocokkan dengan data ICSD .....	32
Gambar 5.5 Spektrum XRD membran komposit nHA-MgO .....	32
Gambar 5.6 Gambar pola XRD dari sampel membran komposit HA-MgO .....	33
Gambar 5.7 Perbandingan salah satu puncak difraksi pada kedua membran komposit .....	34





## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Data Hasil Uji XRD Membran Komposit HA-MgO .....	45
Lampiran 2 Data Hasil Uji XRD Membran Komposit nHA-MgO .....	48
Lampiran 3 Data Perhitungan Ukuran Kristal Membran Komposit HA-MgO dan Membran Komposit nHA-MgO dengan Metode Scherrer .....	51
Lampiran 4 Gambar Detail Merk Serbuk <i>Hydroxyapatite</i> (HA) .....	52
Lampiran 5 Gambar Detail Merk Serbuk <i>Magnesium Oxide</i> (MgO) ...	53
Lampiran 6 Gambar Detail Merk Serbuk <i>Polyvinyl Alcohol</i> (PVA) ...	54



DAFTAR SINGKATAN

$\beta$ -TCP	=	<i>tri-calcium phosphate</i>
Ca	=	kalsium
GTR	=	<i>guided tissue regeneration</i>
HA	=	<i>hydroxyapatite</i>
JCPDS	=	<i>joint committee of powder diffraction standards</i>
LPS	=	lipopolisakarida
Mg	=	<i>magnesium</i>
MgO	=	<i>magnesium oxide</i>
nHA	=	<i>nano hydroxyapatite</i>
PVA	=	<i>polyvinyl alcohol</i>
TTCP	=	<i>tetra tri-calcium phosphate</i>
XRD	=	<i>x-ray diffraction</i>



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Penyakit gigi dan mulut yang terbanyak dialami masyarakat di Indonesia adalah karies gigi dan penyakit periodontal (Kementerian Kesehatan RI, 2012). Salah satu contoh penyakit periodontal adalah periodontitis. Periodontitis merupakan inflamasi jaringan periodontal yang ditandai dengan adanya migrasi *junctional epithelium cell* ke arah apikal serta hilangnya perlekatan dan penurunan puncak tulang alveolar. Periodontitis dapat disebabkan oleh adanya bakteri. Saat ini, para peneliti dan dokter gigi telah mencoba untuk mengembalikan bentuk atau arsitektur tulang yang hilang dengan upaya memicu regenerasi tulang dan perlekatan ligamen terhadap gigi dengan menggunakan berbagai stimulator pertumbuhan tulang (Fedi *et al.*, 2000).

Menurut informasi dari Bank Jaringan Riset BATAN di Indonesia, kebutuhan bahan biomaterial setiap tahunnya meningkat secara signifikan. Biomaterial digunakan secara luas di bidang medis. Penggunaan biomaterial terbesar adalah untuk implan gigi dan terapi penyakit periodontal (Erizal *et al.*, 2013; Warastuti *et al.*, 2015). Salah satu aplikasi biomaterial dalam terapi periodontal yaitu penggunaan membran *Guided Tissue Regeneration* (GTR). Membran GTR merupakan salah satu teknik menggunakan membran sebagai *barrier* fisik untuk membentuk suatu ruang disekeliling kerusakan gigi yang memungkinkan regenerasi tulang dan mencegah migrasi sel epitel ke bagian tulang (Erizal *et al.*, 2013).

Biomaterial yang sering digunakan untuk membran GTR saat ini adalah *hydroxyapatite* (HA). *Hydroxyapatite* adalah salah satu komponen utama mineral tulang dan gigi. *Hydroxyapatite* merupakan kalsium fosfat yang menjadi fokus penelitian dan penggunaan klinis saat ini. Biomaterial yang memiliki biokompatibilitas dan sifat mekanik yang baik berpotensi dalam proses regenerasi tulang. *Hydroxyapatite* menunjukkan osteokonduktivitas dan biokompatibilitas yang sesuai karena memiliki kesamaan kimia dan strukturalnya dengan fase mineral tulang asli (Gomez *et al.*, 2016). Namun, *hydroxyapatite* mempunyai kelemahan yaitu sifat mekanik rendah sehingga rapuh dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien (Darwis dan Yessy, 2008).



Pada penelitian ini kami akan membuat HA sintesis dengan partikelnya yang berukuran nano. Menurut Kuzma and Verhage (2006) seperti dikutip Yanuar dan Widawati (2014), teknologi nano berdasarkan asal katanya, “nano” itu sendiri berasal dari bahasa latin yang berarti sesuatu yang sangat kecil (*dwarf*) atau satu per satu milyar ( $10^{-9}$ ). Dengan teknologi nano ini akan diperoleh sifat-sifat bahan yang lebih baik pada sifat fisis (*hardness*, translusensi, *flow*), mekanis (*strength*, *modulus of elasticity*, khemis (osseointegrasi) dan biologis (Harahap dan Sastrodihardjo, 2014). Beberapa cara untuk memperbaiki kelemahan HA selain mengubah partikelnya menjadi nano yaitu melapisinya dengan logam, komposit dengan polimer, dan komposit dengan keramik (Ardhiyanto, 2011). Komposit merupakan kombinasi dari beberapa bahan (Fedi *et al.*, 2000).

*Magnesium Oxide* (MgO) merupakan salah satu bahan keramik yang memiliki aktivitas antibakteri yang besar terhadap bakteri gram negatif dan gram positif karena MgO dapat masuk ke dalam inti bakteri dengan mudah dan memberikan area permukaan untuk berinteraksi sehingga menghambat mekanisme pertumbuhan bakteri. Studi awal mengenai aktivitas antimikroba nanopartikel logam menunjukkan bahwa bahan-bahan ini dapat memberikan aktivitas antibakteri jangka panjang karena bersifat *inheren* yaitu memiliki volatilitas yang rendah dan stabilitas suhu yang tinggi (Sharma *et al.*, 2017).

Berdasarkan deskripsi tersebut diatas, maka dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis *nano Hydroxyapatite* (nHA) dengan metode elektrokimia yang dikombinasikan dengan *Magnesium Oxide* (MgO) sebagai antibakteri untuk penyakit periodontitis sehingga menghasilkan membran komposit *nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (nHA-MgO) sebagai kandidat nanomaterial baru. Membran komposit nHA-MgO ini dibuat dengan metode *freeze drying*. Jenis membran yang dibuat pada penelitian ini yaitu membran GTR yang resorbable sehingga dibutuhkan biodegradasi yang tinggi, dimana menurut Rohaeti (2009), semakin tingginya biodegradasi maka semakin menurun derajat kristalinitasnya. Penelitian ini dianalisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) yang digunakan untuk mengidentifikasi derajat kristalinitas, fase kristal dalam material, serta untuk mendapatkan ukuran partikel yang kemudian dibandingkan dengan membran komposit HA-MgO.



## 1.2 Rumusan Masalah

Apakah terdapat perbedaan derajat kristalinitas pada membran komposit nHA-MgO dengan membran komposit HA-MgO?

## 1.3 Tujuan Penelitian

### 1.3.1 Tujuan Umum

Mengetahui perbedaan derajat kristalinitas membran komposit nHA-MgO dengan membran komposit HA-MgO melalui uji *X-Ray Diffraction* (XRD).

### 1.3.2 Tujuan Khusus

1. Mengetahui derajat kristalinitas membran komposit nHA-MgO melalui uji *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Mengetahui derajat kristalinitas membran komposit HA-MgO melalui uji *X-Ray Diffraction* (XRD).

## 1.4 Manfaat Penelitian

### 1.4.1 Manfaat Akademik

Dapat menambah referensi serta pengetahuan mengenai membran komposit nHA-MgO yang dapat dijadikan sebagai kandidat nanomaterial baru dalam terapi bidang kedokteran gigi.

### 1.4.2 Manfaat Praktis

Menunjukkan ditemukannya dasar teori pembuatan membran komposit nHA-MgO yang mungkin diduga mampu berperan sebagai dasar terapi modern.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Periodontitis

Periodontitis merupakan inflamasi jaringan periodontal yang ditandai dengan adanya migrasi *junctional epithelium cell* ke arah apikal serta hilangnya perlekatan dan penurunan puncak tulang alveolar. Faktor penyebab terjadinya periodontitis terbagi menjadi dua, yaitu faktor lokal dan faktor sistemik. Faktor lokal periodontitis merupakan penyebab yang berada disekitar lingkungan gigi, seperti plak bakteri, kalkulus, adanya debris makanan yang tersisa, adanya faktor iatrogenik, adanya trauma mekanik, trauma kimia, dan juga tekanan oklusal yang berlebihan. Faktor sistemik periodontitis merupakan penyebab yang dihubungkan dengan metabolisme dan kesehatan umum pasien, seperti ketidakseimbangan endokrin, kelainan genetik, defisiensi nutrisi, penyakit darah, manifestasi penggunaan obat, serta adanya pengaruh sistem saraf. Penyebab yang paling sering terjadi yaitu karena adanya infeksi oleh bakteri. Bakteri dominan yang terdapat pada periodontitis adalah bakteri gram negatif yang melepaskan lipopolisakarida (LPS), seperti *Porphyromonas gingivalis*, *Prevotella intermedia*, *Fusobacterium nucleatum*, *Bacteroides spp.*, dan *Selenomonas spp.* Patogenesis periodontitis dimulai saat bakteri melepaskan LPS kemudian LPS tersebut dapat mengaktifkan sel inflamatori yang mengakibatkan lepasnya sitokin. Dengan adanya faktor lokal dapat menstimulasi aktivitas langsung pada osteoklas dan preosteoklas sehingga dapat terjadi resorpsi tulang. Pada saat yang sama komponen bakteri dan mediator inflamatori bereaksi langsung pada osteoblast dan progenitorya sehingga terjadilah penurunan fungsi osteoblast tersebut, akhirnya terjadi kehilangan perlekatan jaringan periodontal dan gigi, meliputi turunnya tulang alveolar dan jaringan ikat disekitarnya. Pada pemeriksaan intraoral didapatkan terbentuknya poket yang menyebabkan peningkatan kedalaman probing, terdapat perdarahan saat probing, gigi goyang, serta ditemukannya resesi gingiva, kemerahan dan pembengkakan pada gingiva. Biasanya tidak ada rasa sakit (Fedi *et al.*, 2000; Herawati, 2011).

### 2.2 Biomaterial

Dalam Bergmann dan Stumpf (2013), definisi biomaterial menurut *American National Institute of Health* digambarkan sebagai zat atau kombinasi zat, selain obat-obatan sintetis atau alami yang dapat menambah atau mengganti sebagian atau seluruh jaringan,



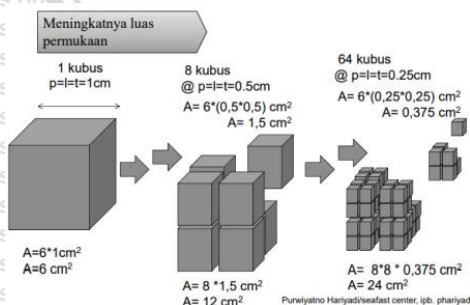
organ, dan fungsi tubuh. Biomaterial juga memiliki karakteristik khusus seperti tidak toksik, biokompatibel, serta tidak menyebabkan inflamasi dan gejala alergi. Terdapat tiga kategori berdasarkan reaksi jaringan terhadap biomaterial, yaitu:

- 1) Bahan biotoleran: bahan yang dipisahkan dari jaringan tulang dengan lapisan jaringan fibrosa.
- 2) Bahan bioaktif: bahan yang memiliki sifat membangun ikatan kimia dengan jaringan tulang yang dikenal dengan oseointegrasi.
- 3) Bahan bioinert: bahan yang dalam kondisi tertentu memungkinkan untuk memiliki kontak langsung dengan jaringan tulang yang berdekatan, tidak ada reaksi kimia yang terjadi antara implan dan jaringan fibrosa.

### 2.3 Nanoteknologi

Menurut Kuzma and Verhage (2006) seperti dikutip Yanuar dan Widawati (2014), teknologi nano berdasarkan asal katanya, “nano” berarti sesuatu yang sangat kecil (*dwarf*) atau satu per satu milyar ( $10^{-9}$ ). Nanoteknologi merupakan ilmu yang mempelajari dan merekayasa materi dari skala 1 sampai 100 nanometer yang akan menghasilkan fenomena unik dan sifat baru (Ardiah *et al.*, 2016). Dengan teknologi nano, akan diperoleh sifat-sifat bahan yang lebih baik pada sifat fisik (*hardness*, translusensi, *flow*), mekanis (*strength*, *modulus of elasticity*), khemis (oseointegrasi), dan biologis (Harahap dan Sastrodihardjo, 2014).

Menurut Ardiah *et al.* (2016), Nanomaterial merupakan bahan yang dirancang dalam tingkat molekul (nanometer) untuk mengambil keuntungan dari ukurannya yang kecil serta sifat baru yang tidak tampak pada sifat konvensional. Bahan dengan skala nano dapat



Gambar 2.1 Peningkatan Luas Permukaan

Sumber: Hariyadi, 2013



menghasilkan peningkatan luas permukaan (Gambar 2.1) dan efek kuantum yang baru.

Nanomaterial memiliki dua kategori, yaitu nanopartikel logam dan nanopartikel nonlogam. Nanomaterial yang basisnya terbentuk dari ion logam memiliki aktivitas sitotoksik yang luas terhadap bakteri, jamur dan virus. Untuk meningkatkan efek penghambatan dapat digunakan kombinasi nanopartikel logam dan nanopartikel nonlogam. Penggunaan gabungan bahan-bahan ini merupakan solusi yang baik, selain meningkatkan sifat antimikroba, dapat juga mengatasi keterbatasan disetiap bahan nanopartikel. Kombinasi nanopartikel satu sama lain dan penggunaannya terhadap mikroorganisme telah menyebabkan berkembangnya daerah penelitian yang berbeda. Penggunaan konsentrasi partikel nano lebih rendah dalam keadaan gabungan dibandingkan dengan keadaan satu partikel nano karena dengan kombinasi nanopartikel tersebut dapat mengurangi toksisitas dan mencegah munculnya resistensi pada masing-masing partikel nano (Sadr *et al.*, 2016).

Klasifikasi bahan dan sistem berstruktur nano pada dasarnya tergantung pada jumlah dimensi yang berada dalam kisaran nanometer, diantaranya yaitu:

- 1) Sistem tiga dimensi (3D), terbatas dalam tiga dimensi misalnya struktur biasanya terdiri dari konsolidasi kristalisasi *equiaxed*.
- 2) Sistem dua dimensi (2D), terbatas dalam dua dimensi misalnya struktur filament dimana panjangnya jauh lebih besar daripada dimensi penampang melintang.
- 3) Sistem satu dimensi (1D), terbatas dalam satu dimensi misalnya struktur berlapis atau laminasi.
- 4) Sistem nol dimensi (0D), misalnya nanopori dan nanopartikel. (Pokropivny *et al.*, 2007)

Nanopartikel memiliki luas permukaan dan volume yang lebih besar dibandingkan dengan material sejenis dalam ukuran besar. Hal itu menyebabkan reaktif atom-atom dipermukaan menjadi ukuran partikel dalam skala nanometer, mengikuti hukum fisika kuantum. Perubahan sifat pada nanopartikel menyebabkan beberapa fenomena, diantaranya adalah fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel yang berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah total atom akan berdampak pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Dari



perubahan-perubahan tersebut diharapkan menjadi keunggulan dari nanopartikel (Abdullah *et al.*, 2008). Namun, nanopartikel memiliki kelemahan yaitu dapat menembus berbagai pembatas biologis sehingga tidak bersifat spesifik jika digunakan untuk tujuan aplikasi khusus. Oleh karena itu, molekul yang dikonjugasikan pada nanopartikel secara umum diharapkan dapat dimanfaatkan sebagai molekul pentarget untuk meningkatkan selektivitas dari sistem nanopartikel tersebut (Martien *et al.*, 2012).

## 2.4 Membran Guided Tissue Regeneration (GTR)

Menurut Erizal *et al.* (2013), *Guided Tissue Regeneration* (GTR) merupakan salah satu teknik menggunakan membran sebagai *barrier* fisik untuk membentuk suatu ruang disekeliling kerusakan gigi yang memungkinkan regenerasi tulang dan mencegah migrasi sel epitel ke bagian tulang. *Guided Tissue Regeneration* itu sendiri dibagi menjadi dua kategori, yaitu GTR *resorbable* atau dapat terserap yang umumnya berasal dari kolagen dan juga GTR non-*resorbable* yang umumnya berasal dari polimer sintetik (Warastuti *et al.*, 2015).

## 2.5 Nano Hydroxyapatite (nHA)

*Hydroxyapatite* (HA) dengan rumus kimia  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  merupakan senyawa anorganik penyusun jaringan keras (*hard tissue*) tubuh manusia seperti tulang, gigi, dan lain sebagainya. HA termasuk keramik bioaktif yang sangat berpotensi menjadi biomaterial untuk regeneratif tulang karena memiliki sifat biokompatibilitas yang baik (Saleha *et al.*, 2015). Material bioaktif adalah material yang mampu memacu terbentuknya lingkungan yang sesuai untuk proses osteogenesis ataupun proses pertumbuhan tulang, yang ditandai dengan adanya lapisan mineralisasi yang terbentuk sebagai penghubung antara bahan dan jaringan (Tontowi *et al.*, 2012).

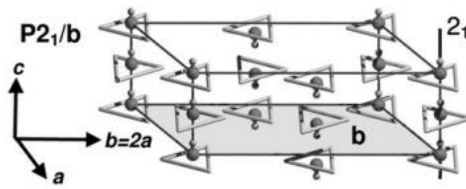
*Hydroxyapatite* memiliki karakteristik osteokonduktivitas dan biokompatibilitas yang baik karena kesamaan kimia dan strukturalnya dengan fase mineral tulang asli (Gomez *et al.*, 2016). Sifat ion kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) pada HA dapat mengubah ion-ion pada logam berat yang bersifat beracun dan juga menyerap unsur-unsur kimia organik dalam tubuh (Saleha *et al.*, 2015). Menurut Suryadi (2011), sifat-sifat HA bergantung pada beberapa faktor seperti derajat kristalinitas, ukuran kristalit, kondisi pada saat diproses (suhu dan tekanan), dan porositas.

*Hydroxyapatite* mempunyai kelemahan diantaranya memiliki sifat mekanik rendah sehingga bersifat rapuh dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien (Darwis dan Yessy, 2008). Salah satu cara untuk memperbaikinya

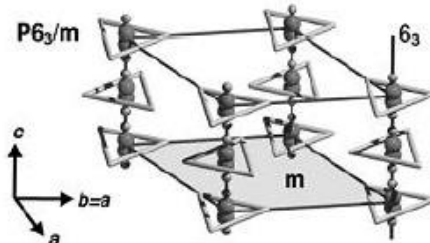




adalah melapisi HA dengan logam, komposit dengan polimer, dan komposit dengan keramik (Ardhiyanto, 2011). *Hydroxyapatite* memiliki dua struktur kristal yang berbeda, yaitu monoklinik dan heksagonal. *Hydroxyapatite* dengan struktur monoklinik didapatkan jika kondisi benar-benar stoikiometrik (rasio Ca/P 1.67), struktur ini memiliki stabilitas thermal yang baik. *Hydroxyapatite* dengan struktur kristal monoklinik ini memiliki *space group symmetry*  $P2_1/b$  dengan parameter kisinya  $a = 9,421 \text{ \AA}$ ,  $b = 2a$ ,  $c = 6,881 \text{ \AA}$ , dan  $\gamma = 120^\circ$ . (Gambar 2.2) Sedangkan HA yang terdapat pada gigi, tulang, serta HA sintesis memiliki struktur kristal heksagonal yang memiliki *space group symmetry*  $P6_3/m$  dengan parameter kisinya  $a = b = 9,432 \text{ \AA}$ ,  $c = 6,881 \text{ \AA}$ , dan  $\gamma = 120^\circ$  (Gambar 2.3). Idealnya rasio Ca/P dari HA itu 10/6 dan densitasnya 3,19 g/mL (Suryadi, 2011).



Gambar 2.2 Struktur Monoklinik HA  
Sumber: Corno *et al.*, 2006



Gambar 2.3 Struktur Heksagonal HA  
Sumber: Corno *et al.*, 2006

Pada suhu yang lebih tinggi, HA terurai menjadi fase sekunder *tri-calcium phosphate* ( $\beta$ -TCP) dan *tetra tri-calcium phosphate* (TTCP). Keduanya merupakan fase paling stabil saat suhu tinggi, namun kurang stabil dan terdegradasi dalam kondisi fisiologis yang tinggi (Gautam *et al.*, 2016). Waktu pengadukan, *sintering temperature*, kecepatan pengadukan, dan pH juga berpengaruh terhadap probabilitas kemurnian HA sintesis. Untuk menentukan waktu pengadukan dan suhu optimum HA sintesis dilakukan perhitungan probabilitas fase sampel hasil XRD melalui pencocokan dengan data standar *Joint Committee of Powder Diffraction Standards* (JCPDS) (Rumengan *et al.*, 2017). *Hydroxyapatite* dengan partikel

nano sangat bermanfaat sebagai substitusi tulang karena tersusun atas komponen inorganik dengan struktur nano kristal. Selain itu, nano kristal akan lebih mudah diserap tubuh karena mempunyai luas permukaan yang besar (Darwis dan Warastuti, 2008).

## 2.6 *Magnesium Oxide* (MgO)

*Magnesium* (Mg) dikenal sebagai pengganti kationik untuk kalsium (Ca) dalam struktur kisi HA. *Magnesium* juga merupakan salah satu pengganti utama Ca dalam apatit biologis (enamel, dentin, dan tulang masing-masing mengandung 0,44 wt%, 1,23 wt%, dan 0,72 wt% Mg) (Stipniece *et al.*, 2013). *Magnesium Oxide* (MgO) dapat dengan mudah masuk ke dalam inti bakteri dan memberikan area permukaan untuk berinteraksi sehingga menghambat mekanisme pertumbuhan bakteri karena MgO memiliki aktivitas antibakteri yang besar terhadap bakteri gram negatif dan gram positif. Studi awal mengenai aktivitas antimikroba nanopartikel logam menunjukkan bahwa bahan-bahan ini dapat memberikan aktivitas antibakteri jangka panjang karena bersifat inheren yaitu memiliki volatilitas yang rendah dan stabilitas suhu yang tinggi (Sharma *et al.*, 2017).

Sifat mekanik dan biodegradable dari MgO sangat menarik untuk aplikasi implan tulang dan gigi karena memiliki biokompatibilitas yang sangat baik, degradabilitas tinggi, serta berat dan kepadatannya rendah yang menyerupai tulang alami. *Magnesium Oxide* dengan HA banyak digunakan sebagai bahan *bone graft* karena dapat mempercepat proses pemulihan dibandingkan material yang ada di dalam tulang itu sendiri (Gautam *et al.*, 2016). *Magnesium Oxide* merupakan bahan keramik yang memiliki sifat unik diantaranya MgO mempunyai titik lebur yang tinggi sekitar 3073 K, permukaannya kuat, tahan terhadap jamur dan pembusukan (Alpionita dan Astuti, 2015). MgO tidak terlalu menyebabkan iritasi mata, kulit, dan pernapasan. *Magnesium Oxide* juga tidak memiliki efek karsinogenik, tidak menyebabkan mutasi gen, dan tidak bersifat toksik juga bagi tubuh. *Magnesium Oxide* itu sangat aman untuk ibu hamil karena tidak memiliki efek teratogenik. *Magnesium Oxide* tidak memiliki bau dan rasa, tidak korosif, dan tidak mudah ter-ion (Sciencelab, 2013).

Nanopartikel MgO menunjukkan aktivitas antibakteri yang besar terhadap bakteri gram negatif dan gram positif karena nanopartikel MgO dapat mudah masuk ke dalam nukleus bakteri dan memberikan area permukaan yang bagus untuk interaksi yang menghambat pertumbuhan bakteri (Sharma *et al.*, 2017). Nanopartikel MgO juga memiliki karakteristik khusus untuk aplikasi regeneratif tulang, mereka dapat mempromosikan fungsi seluler penting yang



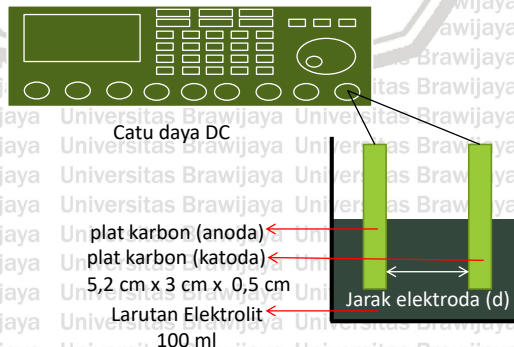


dibutuhkan dalam regenerasi tulang, seperti proliferasi, diferensiasi, dan mineralisasi (Gomez *et al.*, 2016).

### 2.7 Metode Elektrokimia

Dalam pembuatan sintesis nHA terdapat berbagai macam teknik yaitu metode elektrokimia deposisi, presipitasi, hidrotermal, proses sol gel, teknik emulsi, mechano-chemical, dan juga *flame spray*. Pada penelitian ini sintesis nHA dilaksanakan dengan menggunakan metode elektrokimia. Metode elektrokimia merupakan metode yang mudah dan murah (Rahmawati *et al.*). Metode elektrokimia didasarkan pada reaksi redoks, yaitu gabungan dari reaksi oksidasi dan reduksi yang berlangsung pada elektroda yang sama atau berbeda dalam proses elektrokimia. Sel elektrokimia yang menghasilkan listrik karena terjadinya reaksi spontan didalamnya disebut dengan sel galvanik, sedangkan reaksi yang tidak spontan disebut dengan elektrolisis (Ningsih, 2016).

Pada penelitian ini bahan yang digunakan untuk sintesis nHA yaitu  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Merck),  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (Merck),  $\text{CaCl}_2$  (Merck), *demineralize water*, serta alat yang digunakan yaitu satu set sel elektrokimia yang terdiri dari 2 buah elektroda karbon dengan ukuran masing-masing 5,2 cm x 3 cm x 0,5 cm sebagai anoda dan katoda, catu daya DC, *vakum jet ejector*, serta *oven*. Untuk langkah-langkahnya yaitu larutan elektrolit yang terdiri dari 100 ml  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 100 ml  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , dan 100 ml  $\text{CaCl}_2$  dengan konsentrasi  $\text{EDTA}/\text{PO}_4^{3-}/\text{Ca}^{2+}$  sebesar 0.25/0.15/0.25 M. Kemudian menghubungkan sel elektrokimia dengan catu daya DC (GPD X303S, GW Instek) yang berfungsi untuk memberi beda potensial antara kedua elektroda. Potensial yang digunakan sebesar 6 V selama 6 jam dengan arus sebesar 152 mA. Kemudian terbentuk suatu endapan



Gambar 2.4 Rangkaian Alat Sintesis nHA

Sumber: Nur *et al.*, 2012



yang kemudian disaring dengan *vakum jet ejector*. Lalu retentat dicuci dengan *demineralize water* serta dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C sampai berat konstan (Nur *et al*, 2012).

## 2.8 X-Ray Diffraction (XRD)

*X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fase dan derajat kristalinitas dalam material dengan cara menentukan struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel dan mengetahui jenis unsur dan senyawa yang terkandung dalam material secara kualitatif (Widayat, 2013; Prabaningtyas, 2015). Pada gambar 2.4 menunjukkan salah satu contoh alat XRD.

Menurut Suminta (2006), dalam sudut pandang kristalografi sinar-X, kristal merupakan ruang pola tiga-dimensi kerapatan electron (*electron density*). Susunan internal electron dalam kisi kristal menentukan kedudukan arah dan intensitas hamburan sinar-X. Terjadinya pengumpulan atom-atom dalam kristal dapat menghasilkan simetri distribusi kerapatan elektron dalam bentuk ukuran pengulangan bagian terkecil dari ruang tiga-dimensi suatu kristal yang disebut sebagai sel satuan atau volume sel satuan. Didalamnya banyak mengandung informasi struktur seperti posisi atom dan simetri kristal. Cara dalam analisis struktur kristal itu adalah dengan melihat simetri dengan metode Rietveld. Simetri dalam kristal diperoleh dari beberapa operasi, yaitu operasi translasi, inversi, refleksi, dan rotasi. Volume sel satuan dibatasi oleh parameter tiga sumbu (kisi) a, b, dan c, serta tiga sudut  $\alpha$ ,  $\beta$ , dan  $\gamma$ .

Metode difraksi digunakan untuk menentukan struktur kristal. Difraksi merupakan suatu proses eksperimen hamburan elastis, dimana proses transfer/perubahan energi dapat diabaikan dalam proses hamburan tersebut. Informasi yang diperoleh dari metode tersebut adalah data koordinat atom-atom dalam kristal yang mendasari sifat dan karakteristik bahan pada umumnya. Metode difraksi sinar-X merupakan salah satu metode untuk menentukan koordinat atom-atom. Prinsip dasar analisis struktur kristal dengan metode difraksi sinar-X yaitu berdasarkan teori hukum Bragg.

Berikut ini adalah rumus hukum Bragg:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$$

dimana:

$\lambda$  : panjang gelombang sinar-X

$\theta$  : sudut difraksi yang menggambarkan posisi puncak



d<sub>hkl</sub> : jarak antar bidang yang menggambarkan sistem, ukuran sel satuan, dan indeks Miller.



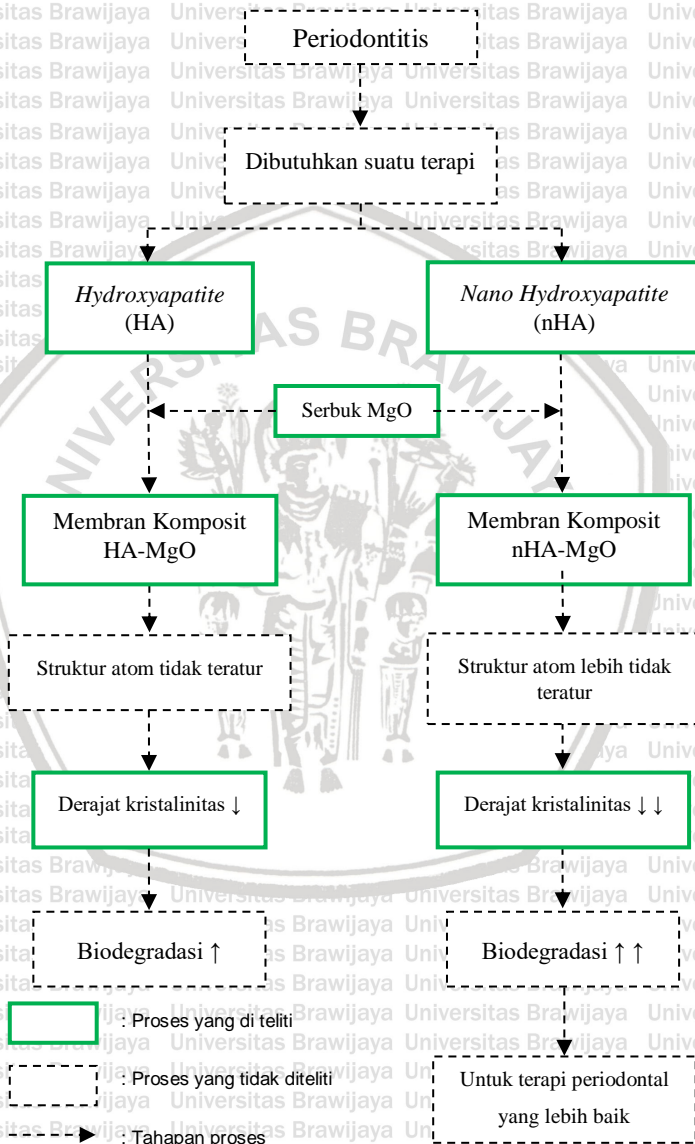
Gambar 2.5 Alat X-Ray Diffraction (XRD)

Sumber: [https://swes.cals.arizona.edu/CEPM/cepm\\_instrumentation.html](https://swes.cals.arizona.edu/CEPM/cepm_instrumentation.html)

Struktur kristal suatu bahan menentukan pola difraksi suatu bahan, serta bentuk dan besar sel satuan menentukan kedudukan suatu garis atau puncak difraksi dan susunan atom (koordinat atom) dalam sel satuan yang menentukan intensitas relatif. Presentase kristalinitas dapat menunjukkan keteraturan susunan atom dalam suatu bahan. Semakin teratur, semakin tinggi tingkat kristalinitasnya. Hal ini ditunjukkan dengan semakin tinggi tingkat intensitas dan semakin sempitnya lebar setengah puncak. Untuk hasil difraktogram XRD dari bahan yang disintesis ditunjukkan berdasarkan waktu pengadukan dan *sintering temperature* (Rumengan *et al.*, 2017).

## BAB III KERANGKA KONSEP DAN HIPOTESIS

### 3.1 Kerangka Konsep Penelitian



**Gambar 3.1 Kerangka Konsep**



Periodontitis merupakan inflamasi jaringan periodontal yang ditandai dengan adanya migrasi *junctional epithelium cell* ke arah apikal serta hilangnya perlekatan dan penurunan puncak tulang alveolar. Salah satu penyebab terjadinya periodontitis yaitu bakteri yang terdapat pada plak. Untuk itu dibutuhkan suatu terapi periodontal yang dapat membantu mengembalikan bentuk atau arsitektur tulang yang hilang dengan upaya memicu regenerasi tulang dan perlekatan ligamen terhadap gigi, serta memiliki sifat antibakteri.

*Hydroxyapatite* (HA) adalah salah satu keramik bioaktif yang berpotensi untuk dijadikan biomaterial dalam proses regeneratif tulang. *Hydroxyapatite* memiliki kelebihan yaitu memiliki sifat biokompatibilitas dan osteokonduktivitas yang baik karena memiliki struktur kimia yang sama dengan mineral tulang asli. Namun, HA memiliki kelemahan yaitu sifat mekanik yang lemah sehingga HA ini bersifat rapuh, tidak bersifat osteoinduktif, dan ketidakstabilan struktur pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien.

Untuk memperbaiki kelemahan-kelemahan yang dimiliki oleh HA dapat dilakukan dengan mengubah ukuran partikel HA menjadi ukuran nano partikel. Dengan mengubahnya menjadi ukuran nano partikel, dapat meningkatkan sifat mekanis, kimia, serta biologis dari HA, kemudian dapat lebih mudah diserap oleh tubuh. Selain mengubah ukuran partikel HA, dilakukan juga penambahan MgO untuk dikombinasikan menjadi membran komposit. MgO ini memiliki sifat antibakteri yang tinggi.

Dalam penelitian ini akan di uji karakteristik fase kristal dari kedua membran komposit itu menggunakan alat XRD. Hasil yang diharapkan dari penelitian ini yaitu membran komposit nHA-MgO memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dan derajat kristalinitas yang lebih rendah dibandingkan membran komposit HA-MgO sehingga meningkatkan biodegradasi dari membran komposit nHA-MgO.

### **3.2 Hipotesis Penelitian**

Dari penelitian ini didapatkan perbedaan derajat kristalinitas membran komposit nHA-MgO dengan membran komposit HA-MgO.

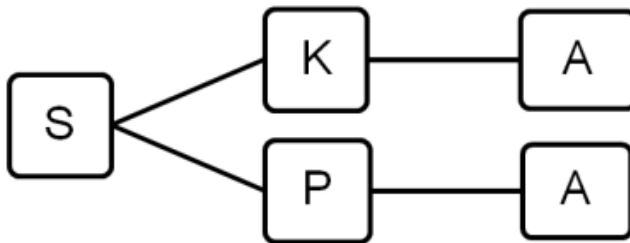


## BAB IV METODE PENELITIAN

### 4.1 Rancangan Penelitian

Pada penelitian ini digunakan metode penelitian *true-experimental design* (rancangan eksperimen murni) dengan pendekatan *Randomized Group Post-Test Only Design*, yang merupakan desain eksperimen paling simple dan dibagi menjadi dua kelompok yaitu kelompok kontrol membran komposit HA-MgO dan kelompok perlakuan membran komposit nHA-MgO. Pengumpulan data diambil setelah kelompok eksperimen diberi perlakuan.

Penelitian ini dibagi menjadi 2 kelompok dengan desain penelitian sebagai berikut:



Gambar 4.1 Rancangan Penelitian

Keterangan:

S : Sampel.

K : Kelompok kontrol membran komposit HA-MgO dengan konsentrasi MgO sebesar 2 wt%.

P : Kelompok perlakuan membran komposit nHA-MgO dengan konsentrasi MgO sebesar 2 wt%.

A : Pengujian dengan alat XRD.

### 4.2 Sampel dan Besar Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO. Besar sampel yang digunakan yaitu masing-masing sampel berjumlah satu sampel.

### 4.3 Variabel Penelitian

#### 4.3.1 Variabel Terikat

Fase kristal membran komposit nHA-MgO dan fase kristal membran komposit HA-MgO.

### 4.3.2 Variabel Bebas

*Nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (nHA-MgO)

dan konsentrasi Magnesium Oxide (MgO) yaitu 2 wt% (Gautam *et al.*, 2016).

### 4.3.3 Variabel Kontrol

Cara sintesis *Nano Hydroxyapatite-Magnesium Oxide* (nHA-MgO).

## 4.4 Definisi Operasional

### 4.4.1 *Nano Hydroxyapatite* (nHA)

*Nano Hydroxyapatite* (nHA) merupakan serbuk *hydroxyapatite* (HA) dengan skala nano yang disintesis dengan menggunakan metode elektrokimia.

### 4.4.2 Membran Komposit nHA-MgO

Membran komposit nHA-MgO adalah gabungan dua material yaitu serbuk nHA yang disintesis dengan teknik elektrokimia dan serbuk MgO yang dibuat membran dengan ukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm.

### 4.4.3 Membran Komposit HA-MgO

Membran komposit HA-MgO adalah gabungan dua material yaitu serbuk HA dan serbuk MgO yang dibuat membran dengan ukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm.

### 4.4.4 *X-Ray Diffraction* (XRD)

*X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan alat yang digunakan untuk menguji fase kristal, ukuran kristal, dan derajat kristalinitas dari membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO.

## 4.5 Lokasi dan Waktu Penelitian

Pembuatan membran komposit dilakukan di Laboratorium Biofisika, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya dan Laboratorium Fitokimia, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga. Uji fase kristal yang menggunakan alat XRD dilakukan di Laboratorium Sentral, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang. Penelitian ini berlangsung selama kurang lebih 3 bulan.

## 4.6 Bahan dan Alat / Instrumen Penelitian

### 4.6.1 Membran Komposit nHA-MgO

Bahan yang digunakan dalam pembuatan membran komposit nHA-MgO dengan konsentrasi 3 wt% nHA, 2 wt% MgO, dan 3 wt% *polyvinyl alcohol* (PVA) yaitu 0,75 gr serbuk nHA sintesis yang telah dibuat dengan teknik elektrokimia, 0,5 gr serbuk MgO, 0,75 gr serbuk PVA, 25 ml aquades.





Alat yang digunakan dalam pembuatan membran komposit nHA-MgO yaitu gelas kimia, petridisk ukuran  $d = 6$  cm, aluminium foil, spatula, termometer air raksa, *freezer*, *lyophilizer*, neraca digital, statip dan *magnetic stirrer* (Warastuti *et al.*, 2015).

#### 4.6.2 Membran Komposit HA-MgO

Bahan yang digunakan dalam pembuatan membran komposit HA-MgO dengan konsentrasi 3 wt% HA, 2 wt% MgO, dan 3 wt% PVA yaitu 1,5 gr serbuk HA, 1 gr serbuk MgO, 1,5 gr serbuk PVA, 50 ml aquades.

Alat yang digunakan dalam pembuatan membran komposit HA-MgO yaitu gelas kimia, petridisk ukuran  $d = 6$  cm, aluminium foil, spatula, termometer air raksa, *freezer*, *lyophilizer*, neraca digital, statip dan *magnetic stirrer* (Warastuti *et al.*, 2015).

#### 4.6.3 Uji Fase Kristal

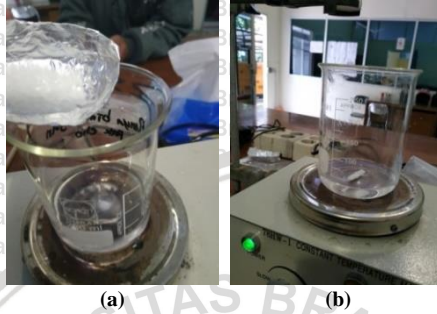
Pada uji fase kristal ini menggunakan alat X-Ray Diffraction (XRD) tipe *Panalytical X'Pert Pro* dengan *software* analisis *High Score Plus* dan *Origin*.

### 4.7 Prosedur Penelitian

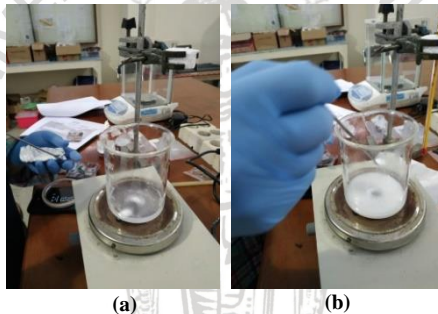
#### 4.7.1 Pembuatan Membran Komposit nHA-MgO

Pada penelitian ini, pembuatan membran komposit menggunakan metode *freeze drying*. Jumlah sampel yang digunakan yaitu satu sampel. Langkah pertama yang dilakukan adalah memasukkan 0,75 gr PVA ke dalam 25 ml aquades yang ditunjukkan Gambar 4.2 (a) dan melarutkannya menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu  $80^{\circ}\text{C}$  hingga larut seluruhnya dan homogen yang ditunjukkan Gambar 4.2 (b), lalu larutan didiamkan hingga dingin dengan keadaan *magnetic stirrer* tetap berjalan. Setelah itu mencampurkan sedikit demi sedikit 0,75 gr serbuk nHA ke dalam larutan PVA hingga larutan homogen yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 (a), kemudian mencampurkan sedikit demi sedikit 0,5 gr serbuk MgO ke dalam larutan PVA+nHA hingga larutan homogen yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 (b). Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 75 menit pada suhu  $40^{\circ}\text{C}$  yang ditunjukkan pada Gambar 4.4, setelah itu didiamkan hingga larutan dingin. Tuangkan larutan tersebut ke dalam cetakan petridisk dengan ketinggian larutan yang dituangkan  $\pm 0,1$  cm yang ditunjukkan pada Gambar 4.5. Bekukan cetakan pada *freezer* dengan suhu  $-40^{\circ}\text{C}$ . Setelah

beku, cetakan dimasukkan ke dalam alat *freeze drying* selama semalaman yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Kemudian membran yang sudah jadi dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm yang ditunjukkan pada Gambar 4.7 (Warastuti *et al.*, 2015).



Gambar 4.2 (a) Memasukkan 1,5 gr PVA ke dalam aquades dan (b) Melarutkan PVA hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu 80°C



Gambar 4.3 (a) Memasukkan serbuk nHA ke dalam larutan PVA dan (b) Memasukkan serbuk MgO ke dalam larutan PVA+nHA



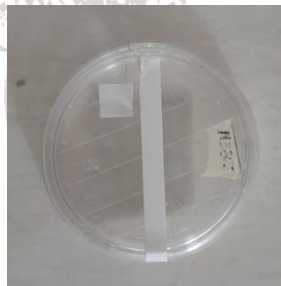
Gambar 4.4 Larutan diaduk selama 75 menit pada suhu 40°C



Gambar 4.5 Larutan dituangkan pada cetakan dengan  $d=6$  cm



Gambar 4.6 Cetakan dimasukkan ke dalam alat *freeze drying* selama semalaman



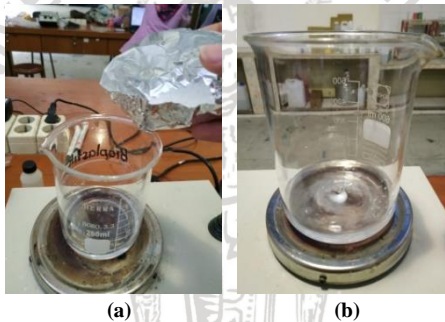
Gambar 4.7 Membran dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm

#### 4.7.2 Pembuatan Membran Komposit HA-MgO

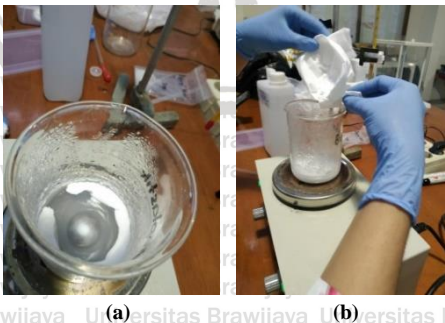
Pada penelitian ini, pembuatan membran komposit menggunakan metode *freeze drying*. Jumlah sampel yang digunakan yaitu satu sampel. Langkah pertama yang dilakukan adalah memasukkan 1,5 gr PVA ke dalam 50 ml aquades yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 (a) dan melarutkannya menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu  $80^{\circ}\text{C}$  hingga larut seluruhnya dan homogen yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 (b), lalu larutan dibiarkan hingga dingin dengan keadaan *magnetic stirrer* tetap berjalan. Setelah itu



mencampurkan sedikit demi sedikit 1,5 gr serbuk HA ke dalam larutan PVA hingga larutan homogen yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 (a), kemudian mencampurkan sedikit demi sedikit 1 gr serbuk MgO ke dalam larutan PVA+HA hingga larutan homogen yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 (b). Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2,5 jam pada suhu 40°C yang ditunjukkan pada Gambar 4.10, setelah itu didiamkan hingga larutan dingin. Tuangkan larutan tersebut ke dalam cetakan petridisk dengan ketinggian larutan yang dituangkan  $\pm 0,1$  cm yang ditunjukkan pada Gambar 4.11. Bekukan cetakan pada *freezer* dengan suhu -40°C. Setelah beku, cetakan dimasukkan ke dalam alat *freeze drying* selama semalaman yang ditunjukkan pada Gambar 4.12. Kemudian membran yang sudah jadi dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm yang ditunjukkan pada Gambar 4.13 (Warastuti *et al.*, 2015).



Gambar 4.8 (a) Memasukkan 1,5 gr PVA ke dalam aquades dan (b) Melarutkan PVA hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* dengan



Gambar 4.9 (a) Memasukkan serbuk HA ke dalam larutan PVA dan (b) Memasukkan serbuk MgO ke dalam larutan PVA+HA



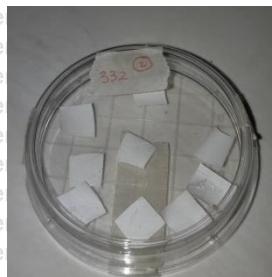
Gambar 4.10 Larutan diaduk selama 75 menit pada suhu 40°C



Gambar 4.11 Larutan dituangkan pada cetakan dengan  $d=6$  cm



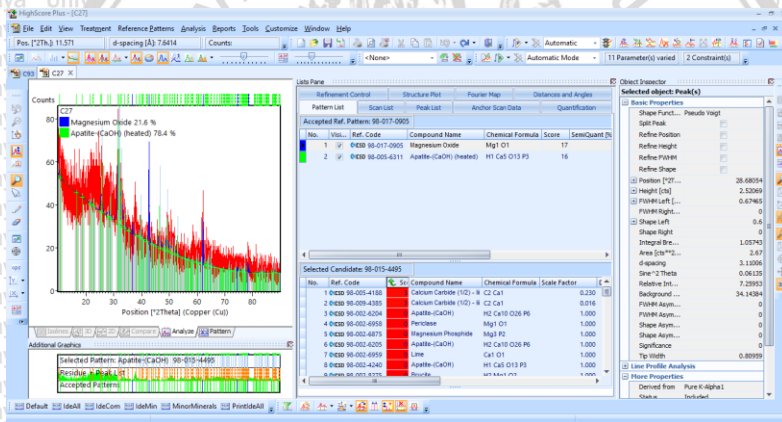
Gambar 4.12 Cetakan dimasukkan ke dalam alat freeze drying selama semalaman



Gambar 4.13 Membran dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm

### 4.7.3 Uji Fase Kristal

1. Sebanyak 1 lembar sampel membran komposit nHA-MgO berukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm diletakkan pada wadah sampel.
2. Sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRD tipe Analytical X'Pert Pro dengan sumber Cu.
3. Hasil yang tampak pada monitor alat selanjutnya dilakukan interpretasi hasil.
4. Mengulangi tahap 1 – 3 untuk karakterisasi sampel membran komposit HA-MgO.
5. Data yang didapat dianalisis menggunakan *software High Score Plus* dan *Origin* untuk mendapatkan fase kristal, derajat kristalinitas, dan ukuran kristal. Pada Gambar 4.14 ditunjukkan tampilan dalam analisis fase kristal dengan menggunakan *software High Score Plus*.
6. Untuk mengetahui rata-rata ukuran kristal digunakan juga *software Microsoft Excel* (Prabaningtyas, 2015).



Gambar 4.14 Tampilan dalam *software High Score Plus*

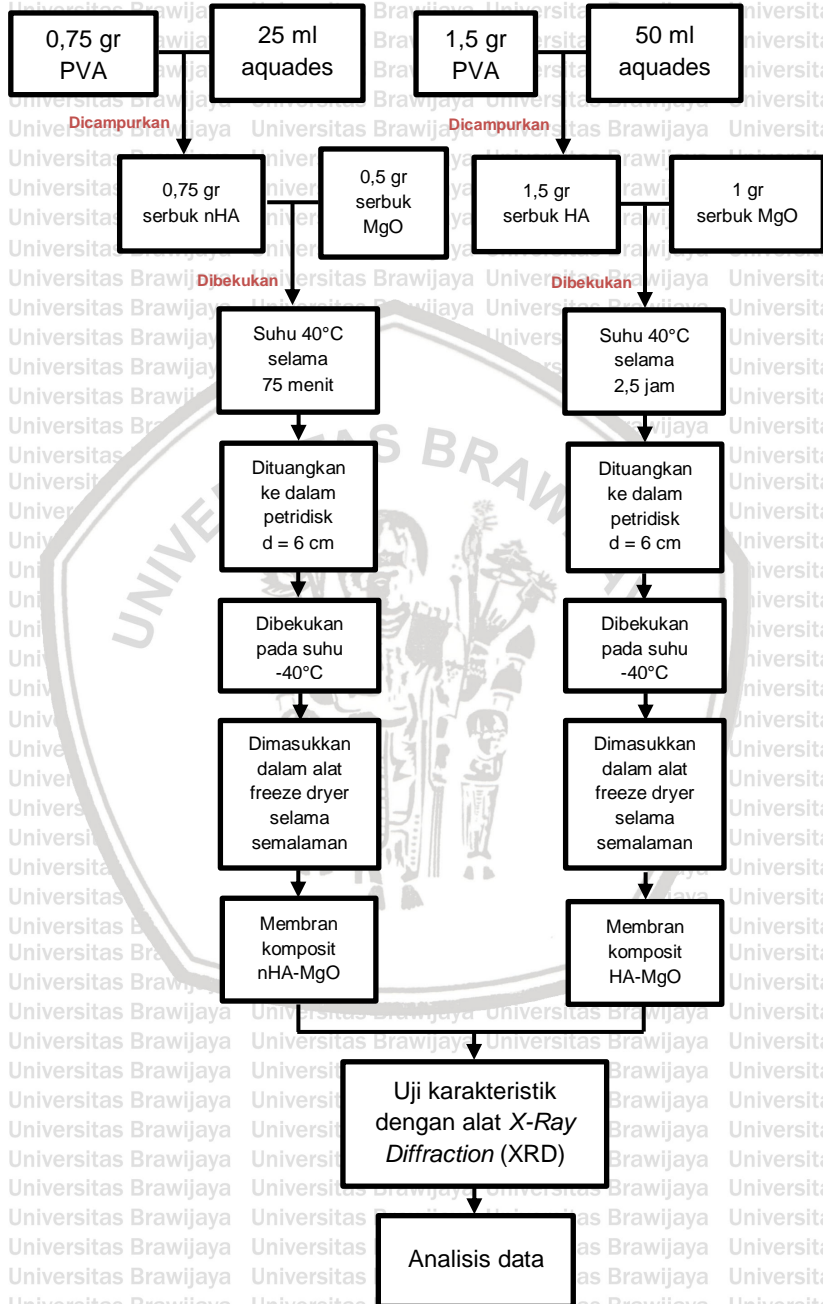
### 4.8 Analisis Data

Hasil uji karakteristik menggunakan alat XRD pada sampel membran komposit nHA-MgO dan sampel membran komposit HA-MgO akan dianalisis menggunakan *software High Score Plus* dan *Origin* untuk mengetahui perbedaan fase kristal dan derajat kristalinitas, serta mengetahui ukuran kristalnya.





#### 4.9 Alur Penelitian





Gambar 4.14 Alur Penelitian

## BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

### 5.1. Hasil Pembuatan Membran Komposit dengan Metode *Freeze Drying*

Hasil akhir dari pembuatan membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO menggunakan metode *freeze drying* dapat dilihat pada Tabel 5.1. Dari tabel tersebut dapat diketahui perbedaan visualisasi dan tekstur dari sampel yang dihasilkan.

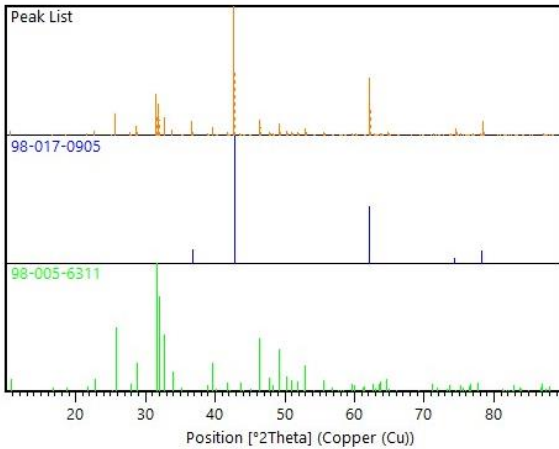
**Tabel 5.1 Hasil Pembuatan Membran Komposit dengan Metode *Freeze Drying***

	Membran Komposit HA-MgO	Membran Komposit nHA-MgO
<b>Dokumentasi</b>		
<b>Visualisasi</b>	Putih dan tepinya lebih banyak mengkerut	Putih dan tepinya tidak terlalu mengkerut
<b>Tekstur</b>	Cukup halus dan lentur	Halus dan sangat lentur

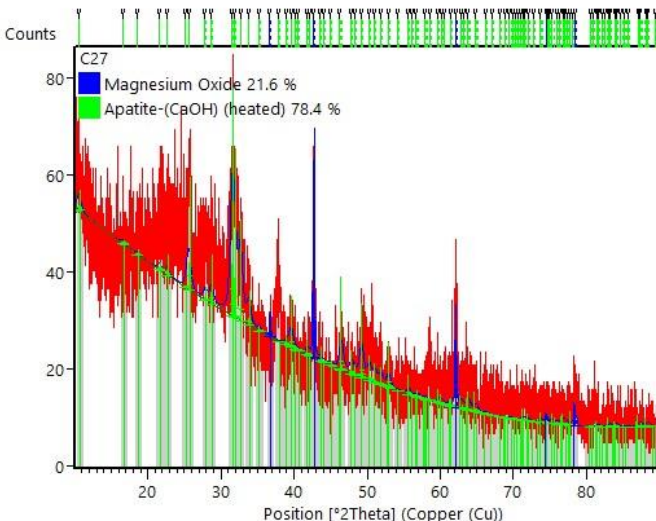


## 5.2 Hasil Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengetahui derajat kristalinitas, fase kristal, dan ukuran kristalin sampel membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO yang dibuat dengan metode *freeze drying*. Hasil karakterisasi XRD dari sampel membran komposit HA-MgO ditunjukkan pada Gambar 5.1 yang telah dicocokkan dengan data ICSD *Apatite - Heated* (98-005-6311) dan *Magnesium Oxide* (98-017-0905). Pada gambar tersebut puncak-puncak difraksi terlihat identik dan tidak



Gambar 5.1 Gambar *pattern* XRD dari sampel membran komposit HA-MgO yang dicocokkan dengan data ICSD



Gambar 5.2 Spektrum XRD membran komposit HA-MgO



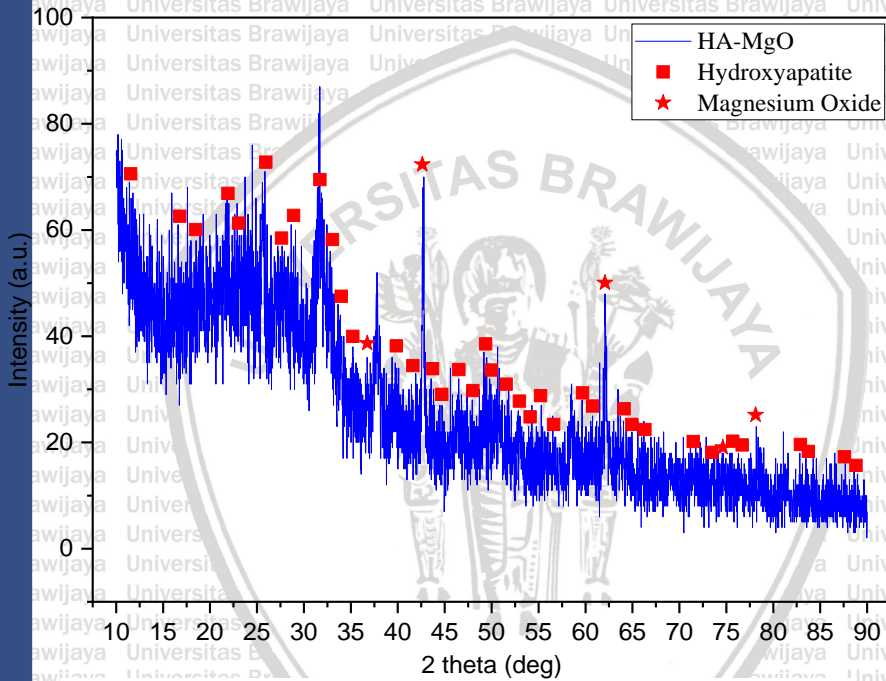
terdapat puncak difraksi lain yang tidak teridentifikasi, namun ada beberapa puncak yang mengalami pergeseran posisi. Hal tersebut dibuktikan pada Tabel 5.2 yang menunjukkan perbandingan posisi puncak pada  $2\theta$  berdasarkan deviasi bidang kristal (h k l) antara HA pada sampel dengan data ICSD *Apatite - Heated* (98-005-6311) dan MgO pada sampel dengan *Magnesium Oxide* (98-017-0905).

**Tabel 5.2 Perbandingan posisi puncak difraksi membran HA-MgO dengan data ICSD *Apatite - Heated* (98-005-6311) dan *Magnesium Oxide* (98-017-0905)**

Bidang Kristal			2 Theta (deg)	
h	k	l	<i>Hydroxyapatite</i> pada Membran HA-MgO	ICSD <i>Apatite - Heated</i> (98-005-6311)
1	0	0	10,57	10,78
1	1	1	22,59	22,74
0	0	2	25,58	25,75
0	1	2	27,84	27,98
1	2	0	28,68	28,78
1	2	1	31,52	31,61
1	1	2	31,91	32,03
0	3	0	32,66	32,73
0	2	2	33,79	33,89
3	1	0	39,57	39,59
2	2	2	46,45	46,45
3	1	2	47,83	47,83
1	2	3	49,21	49,22
2	3	1	50,26	50,21
4	1	0	51,05	50,99
0	0	4	52,89	52,92
h	k	l	<i>Magnesium Oxide</i> pada Membran HA-MgO	ICSD <i>Magnesium Oxide</i> (98-017-0905)
1	1	1	36,69	36,78
0	0	2	42,67	42,75
0	2	2	62,08	62,05
1	1	3	74,48	74,37
2	2	2	78,43	78,29



Pada Gambar 5.2 ditunjukkan persentase kecocokkan puncak-puncak difraksi pada sampel dengan data ICSD yang dimana memiliki kesesuaian dengan pola XRD ICSD *Apatite - Heated* (98-005-6311) sebanyak 78,4% dan *Magnesium Oxide* (98-017-0905) sebanyak 21,6%. Letak puncak-puncak difraksi pada sampel membran komposit HA-MgO ditunjukkan pada Gambar 5.3. Pada gambar tersebut terlihat pola difraksi dari fase *Magnesium Oxide* (98-017-0905) dengan beberapa puncak yang menunjukkan intensitas tertinggi seperti pada  $2\theta$  42,6713° dan 62,0820°.



Gambar 5.3 Gambar pola XRD dari sampel membran komposit HA-MgO

Hasil karakterisasi XRD dari sampel membran komposit nHA-MgO ditunjukkan pada Gambar 5.4 yang telah dicocokkan dengan data ICSD *Apatite - (CaOH)* (98-018-1170) dan *Magnesium Oxide* (98-008-8058). Pada gambar puncak-puncak difraksi terlihat identik dan tidak terdapat puncak difraksi lain yang tidak teridentifikasi, namun ada beberapa puncak yang mengalami pergeseran posisi. Hal tersebut dibuktikan pada Tabel 5.3 yang menunjukkan perbandingan posisi puncak pada  $2\theta$  berdasarkan deviasi bidang kristal (h k l) antara nHA pada sampel dengan data

ICSD *Apatite* (CaOH) (98-018-1170) dan *Magnesium Oxide* (98-008-8058).

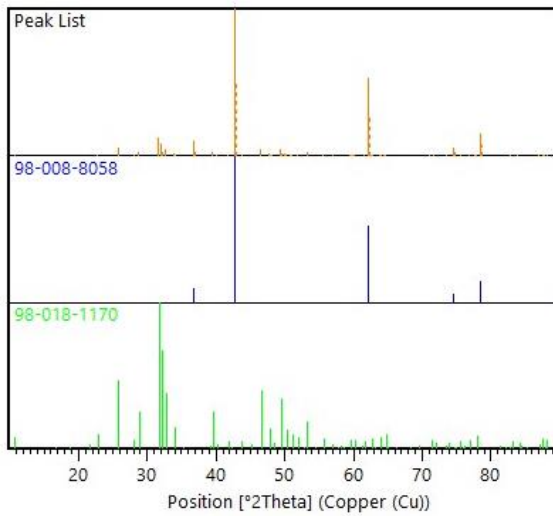
**Tabel 5.3 Perbandingan posisi puncak difraksi membran nHA-MgO dengan data ICSD *Apatite* – (CaOH) (98-018-1170) dan *Magnesium Oxide* (98-008-8058)**

Bidang Kristal			2 Theta (deg)	
h	k	l	<i>Hydroxyapatite</i> pada Membran nHA-MgO	ICSD <i>Apatite</i> – (CaOH) (98-018-1170)
0	0	2	25,82	25,90
1	2	0	28,63	28,86
1	2	1	31,50	31,71
1	1	2	32,05	32,18
0	3	0	32,58	32,82
3	1	0	39,43	39,70
2	2	2	46,41	46,63
3	1	2	47,79	48,01
1	2	3	49,34	49,47
0	0	4	53,23	53,25
h	k	l	<i>Magnesium Oxide</i> pada Membran nHA-MgO	ICSD <i>Magnesium Oxide</i> (98-008-8058)
1	1	1	36,80	36,86
0	0	2	42,78	42,82
0	2	2	62,16	62,17
1	1	3	74,54	74,52
2	2	2	78,48	78,44

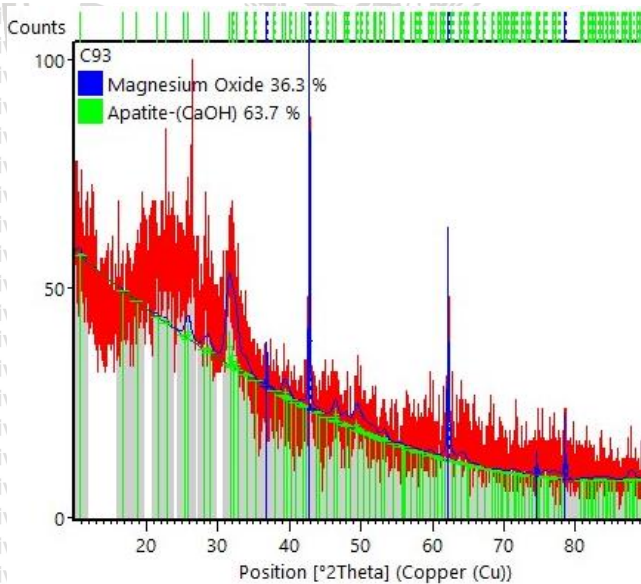
Pada Gambar 5.5 ditunjukkan persentase kecocokkan puncak-puncak difraksi pada sampel dengan data ICSD yang dimana memiliki kesesuaian dengan pola XRD ICSD *Apatite* – (CaOH) (98-018-1170) sebanyak 63,7% dan *Magnesium Oxide* (98-008-8058) sebanyak 36,3%. Letak puncak-puncak difraksi pada sampel membran komposit nHA-MgO ditunjukkan pada Gambar 5.6. Pada gambar tersebut terlihat pola difraksi dari fase *Magnesium Oxide* (98-008-8058) dengan beberapa puncak yang menunjukkan intensitas tertinggi seperti pada 20 42,8896° dan 62,1640°.



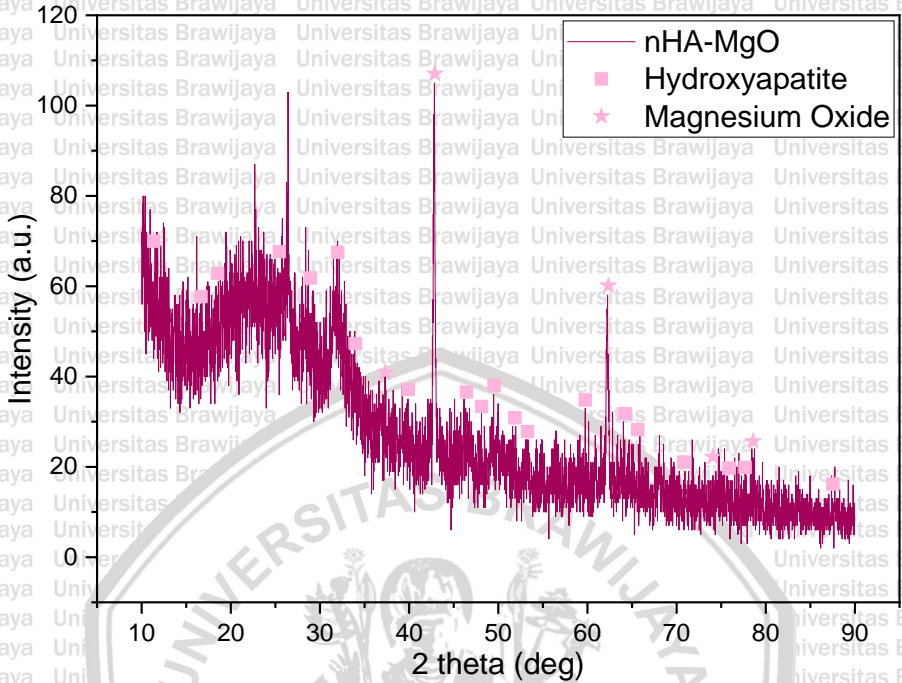




Gambar 5.4 Gambar *pattern XRD* dari sampel membran komposit nHA-MgO yang dicocokkan dengan data ICSD



Gambar 5.5 Spektrum XRD membran komposit nHA-MgO

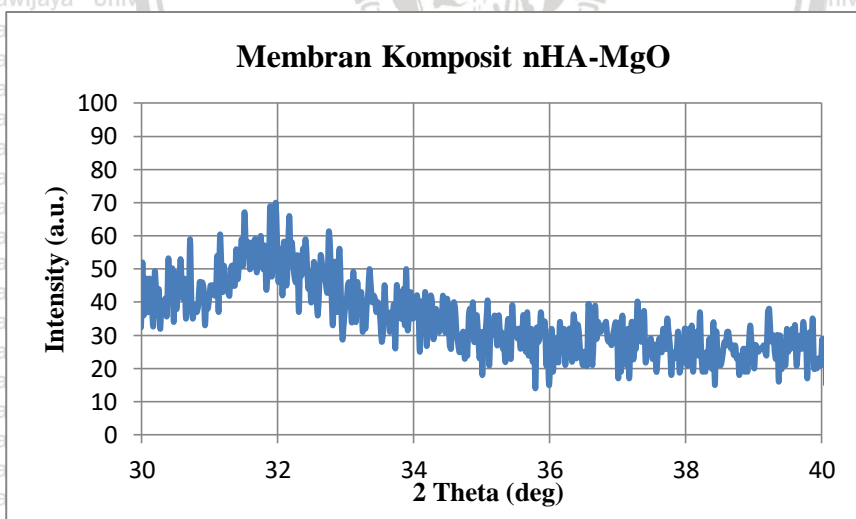
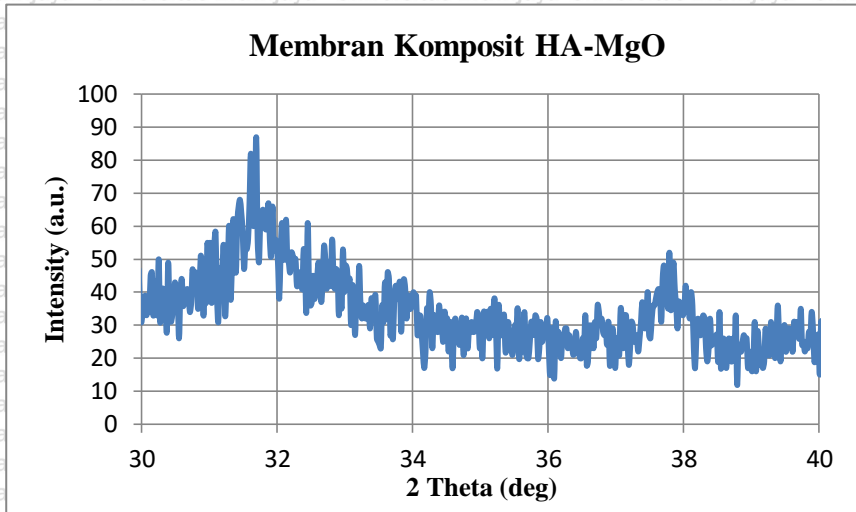


Gambar 5.6 Gambar pola XRD dari sampel membran komposit HA-MgO

Pergeseran posisi puncak pada data XRD kedua sampel bisa disebabkan karena ketidakhomogenan sampel pada saat pencampuran (Cornolly, 2005). Dari data XRD kedua sampel membran dapat dilihat pada Gambar 5.3 dan Gambar 5.6 bahwa pelebaran puncak pada sampel membran komposit nHA-MgO lebih besar dibandingkan pelebaran puncak pada sampel membran komposit HA-MgO. Hal tersebut mengindikasikan bahwa ukuran kristal pada membran nHA-MgO lebih kecil dibandingkan dengan ukuran kristal pada membran HA-MgO (Hartono dan Pratapa, 2009). Terbukti setelah dihitung berdasarkan metode Scherrer, ukuran kristal membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO adalah sebesar 51,42 nm dan 48,98 nm. Perhitungan dengan menggunakan metode Scherrer terdapat pada Lampiran 3.

Dari hasil analisis XRD sampel membran komposit HA-MgO dan sampel membran komposit nHA-MgO pada Gambar 5.7 diketahui bahwa membran komposit nHA-MgO memiliki intensitas yang lebih rendah dan pelebaran puncak yang lebih besar dibandingkan dengan membran komposit HA-MgO. Hal tersebut menandakan bahwa derajat kristalinitas dari membran komposit nHA-MgO lebih rendah dibandingkan dengan membran komposit HA-MgO (Amin dan Ulfah,

2017). Sesuai dengan penelitian Rohaeti (2009), semakin menurunnya derajat kristalinitas maka semakin meningkat juga proses biodegradasinya. Pada penelitian yang dilakukan oleh Saadat *et al* (2015) diketahui bahwa penambahan nHA dapat meningkatkan proses biodegradasi yang disebabkan karena peningkatan penyerapan air oleh nHA.



Gambar 5.7 Perbandingan salah satu puncak difraksi pada kedua membran komposit

Seperti yang sudah dijelaskan pada bab-bab sebelumnya, kasus periodontitis dapat menyebabkan hilangnya perlekatan dan





penurunan pada tulang alveolar. Dengan adanya membran komposit ini dapat membantu regenerasi tulang dan jaringan periodontal dengan cara menghambat sel-sel epitel, jaringan ikat, serta sel-sel lain seperti sel mesenkim pada ligamen periodontal (Rustam *et al.*, 2016). Salah satu syarat yang harus dimiliki oleh membran komposit yaitu membran komposit harus mampu biodegradasi. Kecepatan degradasi pada membran komposit harus sesuai dengan regenerasi jaringan karena apabila proses degradasi terlalu lama akan menghalangi osteoblas melakukan regenerasi tulang dan jaringan secara alami (Indrani, 2012; Novitasari, 2016). Hasil penelitian di atas menghasilkan membran komposit nHA-MgO dengan proses degradasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan membran komposit HA-MgO berdasarkan derajat kristalinitasnya, sehingga membran komposit nHA-MgO diduga dapat berpotensi sebagai kandidat nanomaterial baru dalam terapi penyakit periodontal.

Pada penelitian ini hanya diketahui sebatas fase kristal, ukuran kristal, serta derajat kristalinitasnya saja. Dibutuhkan pengujian untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung pada sampel, serta dibutuhkan juga komposisi unsur di dalam sampel secara lengkap, serta ukuran dari porositas yang terbentuk dalam sampel. Pada penelitian ini tidak bisa diketahui secara detail berapa lama membran komposit ini akan terdegradasi, dimana laju degradasi tersebut merupakan hal yang penting dalam pembuatan membran komposit. Kemudian pada penelitian ini pun belum bisa diketahui apakah membran komposit ini tidak toksik bagi tubuh manusia, apakah cocok dengan sel manusia, dan lain sebagainya. Untuk itu diperlukan penelitian yang lebih lanjut untuk benar-benar bisa mengetahui membran komposit ini layak untuk dijadikan kandidat nanomaterial baru dalam terapi penyakit periodontal.

## BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN

### 6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan analisis yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa:

1. Melalui uji XRD, membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO telah berhasil dibuat tanpa adanya senyawa baru yang terbentuk.
2. Berdasarkan perhitungan menggunakan metode Scherrer didapatkan ukuran kristal pada membran komposit HA-MgO sebesar 51,42 nm dan membran komposit nHA-MgO sebesar 48,98 nm.
3. Berdasarkan intensitas dan pelebaran puncak, derajat kristalinitas pada membran komposit nHA-MgO lebih rendah dibandingkan membran komposit HA-MgO sehingga proses degradasi pada membran komposit nHA-MgO lebih tinggi.

### 6.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, dapat disarankan bahwa:

1. Perlu dilakukan uji karakterisasi lebih lanjut seperti *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *X-ray Fluorescence* (XRF), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).
2. Perlu dilakukan pengujian lanjutan seperti uji laju degradasi, uji viskositas tekan, uji sterilisasi dan toksisitas, serta uji *in vivo* dan *in vitro*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah M., Virgus Y., Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. Review: Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi* 1(2): 33-57.
- Alponita, Peni dan Astuti. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Magnesium Oksida (MgO) dengan Variasi Massa PEG-6000. *Jurnal Fisika Unand* 4(2): 167-172.
- Amin S dan Ulfah M. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit dari Tulang Ikan Lamuru (*Sardinella Longiceps*)-Kitosan sebagai Bone Filler. *Jurnal Farmasi FIK UINAM* 5(1): 9-15.
- Ardhiyanto H B. 2011. Peran Hidroksiapatit sebagai Bone Graft dalam Proses Penyembuhan Tulang. *Jurnal Kedokteran Gigi Universitas Jember* 8(2): 118-121.
- Ardiah N., Siswanto, dan Djoni IR. 2014. Studi Konduktivitas Termal Semen Gigi Sementara Kalsium Fosfat dengan Penambahan ZnO (Zinc Oxide). *Tesis*. Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Airlangga. Surabaya.
- Bergmann, Carlos P. dan Stumpf A. 2013. *Dental Ceramics: Microstructure, Properties, and Degradation*. New York: Springer.
- Corno M., Busco C., Civalleri B., dkk. 2006. Periodic AB Initio Study of Structural and Vibrational Features of Hexagonal Hydroxyapatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . *Physical Chemistry Chemical Physics Journal*: 2464-2472.
- Darwis D. dan Warastuti Y. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) sebagai Graft Tulang Sintetik. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi* 4(2): 143-153.
- Erizal, Abbas B., Warastuti Y., dan Darmawan. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Kitosan-Hidroksi Apatit Berikatan Silang Sebagai Guided Tissue Regeneration (GTR). *Majalah Metalurgi*: 55-64.





- Fedi PF., Vernino AR., dan Gray JL. 2000. *The Periodontic Syllabus*. Fourth Edition. Lippincott Williams & Wilkins. Terjemahan Amaliya. 2004. *Silabus Periodonti*. Edisi 4. Jakarta: EGC.
- Gautam CR., Kumar S., Jose SBS., dan Mishra VK. 2016. Synthesis and Enhanced Mechanical Properties of MgO Substituted Hydroxyapatite: A Bone Substitute Material. *RSC Advances*.
- Gomez JC., Chen X., dan Yang Q. 2016. Effect of Nanoparticle Incorporation and Surface Coating on Mechanical Properties of Bone Scaffolds: A Brief Review. *Journal of Functional Biomaterials* 7:1-11.
- Harahap SA. dan Sastrodihardjo S. 2014. Teknologi Nano di Bidang Kedokteran Gigi. *Dentika Dental Journal* 18(2): 194-198.
- Hariyadi P. 2013. *Teknologi Nano (Nanotechnology) di Bidang Pangan*. Makalah disajikan dalam acara Food Day Festival (Foodival) Himpunan Ilmu dan Teknologi Pangan (Himitepa), Institut Pertanian Bogor (IPB) – Bogor, 29 September 2013.
- Hartono B dan Pratapa S. 2009. Karakteristik Pola Difraksi Sinar-X Dua Moda Ukuran Nanokristal Periklas. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi* Edisi Khusus: 9-12.
- Herawati D. 2011. Terapi Kombinasi Root Debridement dan Antibiotik Terhadap Periodontitis Agresif. *Jurnal Kedokteran Gigi Universitas Gajah Mada* 18(2): 200-204.
- Indriani DJ. 2012. Komposit Hidroksiapatit Kalsinasi Suhu Rendah dengan Alginat Sargassum Duplicatum atau Sargassum Crassifolium sebagai Material Scaffold untuk Pertumbuhan Sel Punca Mesenkimal. *Disertasi*. Program Doktor Bidang Ilmu Material Fakultas Matematik dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia. Jakarta.
- Kementerian Kesehatan RI. 2012. *Pedoman Usaha Kesehatan Gigi Sekolah (UKGS)*. Juni. Direktorat Jenderal Bina Upaya Kesehatan. Jakarta.



Martien, Ronny, Adhyatmika, Irianto IDK, Farida V., dan Sari DP. 2012. Perkembangan Teknologi Nanopartikel Sebagai Sistem Penghantaran Obat. *Majalah Farmaseutik* 8(1): 133-144.

Ningsih SKW. 2016. *Sintesis Anorganik*. UNP Press: Padang.

Novitasari. 2016. Analisis Laju Degradasi Injectable Bone Substitute (IBS) dengan Variasi Penambahan Alendronate. *Skripsi*. Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Airlangga. Surabaya.

Nur A, Jumari A, dan Setyawan H. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Monetite Ukuran Nano Secara Elektrokimia. *Prosiding Seminar Nasional Aplikasi Sains dan Teknologi (SNAST) Periode III*. Yogyakarta.

Pokropivny V., Lohmus R., Hussainova I., Pokropivny A., dan Vlassov S. 2007. *Introduction to Nanomaterials and Nanotechnology*. Tartu University Press: Ukraina.

Prabaningtyas RAJMS. 2015. Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) sebagai Bone Graft Sintesis Menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR). *Skripsi*. Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember. Jember.

Rahmawati A, Ilmi NI, Setyawan H, dan Affandi S. 2012. Sintesis Hydroxyapatite Berukuran Nano dengan Metode Elektrokimia Menggunakan Pulse Direct Current (PDC) sebagai Bioimplan Tulang dan Gigi. *Jurnal Teknik Pomits* 1(1): 1-4.

Rohaeti E. 2009. Karakterisasi Biodegradasi Polimer. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. FMIPA UNY, Yogyakarta. K248-K257.

Rumengan FS., Raya I., dan Maming. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit  $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$  dari Batu Kapur dengan Metode Sol-Gel.

Rustam A, Syahbani AN, dan Fahrudin AM. 2016. Kolagen Sisk Ikan Nila (*Oreochromis Niloticus*) sebagai Barrier Membrane Alternatif untuk Meregenerasi Tulang Alveolar pada Kasus Periodontitis. *BIMKGI Indonesian Dental Student Journal* 4(1): 37-43.

Saadat A, Karbasi S, Ghader AAB, dan Khodaei M. 2015. Characterization of Biodegradable P3HB/HA Nanocomposite Scaffold for Bone Tissue Engineering. *Procedia Materials Science Journal* 11: 217-223.

Sadr MK, Mirhosseini M., dan Rahimi G. 2016. Effects of Combination of Magnesium and Zinc Oxide Nanoparticles and Heat on E. Coli and Staphylococcus aureus Bacteria in Milk. *Nanomed. Journal* 3(1): 49-56.

Saleha, Halik M., Annisa N., Sudirman, dan Subaer. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Nanopartikel Kalsium Oksida (CaO) Cangkang Telur Untuk Aplikasi Dental Implan. D. Rosana (Eds). *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIX HFI Jateng & DIY*. p: 124-127.

ScienceLab. 2016. *Material Safety Data Sheet Magnesium Oxide MSDS*.

Sharma G., Soni R., dan Jasuja ND. 2017. Phytoassisted Synthesis of Magnesium Oxide Nanoparticles with *Swertia chirayaita*. *Journal of Taibah University for Science* 11: 471-477.

Stipniece L., Salma-Ancane K., Jakovlevs D., Borodajenko N., dan Berzina-Cimdina L. 2013. The Study of Magnesium Substitution Effect on Physicochemical Properties of Hydroxyapatite. *Material Science and Applied Chemistry*: 51-57.

Suminta S. 2006. Karakteristik Zeolit Alam dengan Metode Difraksi Sinar-X. *Journal of Indonesian Zeolites* 5(2): 52-68.

The Center For Enviromental Physics and Mineralogy (CEPM). *Sampling, Analysis, Interpretation, and Modeling*. (Online). ([https://swes.cals.arizona.edu/CEPM/cepm\\_instrumentation.html](https://swes.cals.arizona.edu/CEPM/cepm_instrumentation.html), diakses pada 15 April 2018).





Tontowi, Edy A., Dewo P., Wahyuni ET., dan Triyono J. 2012. Scaffold dari Bovine Hydroxyapatite dengan Poly Vynialcohol Coating. *Jurnal Teknosains* 1(2): 126-134.

Warastuti Y., Budianto E., dan Darmawan. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Khitosan-Poli(Vinil Alkohol) Untuk Aplikasi Biomaterial. *Jurnal Sains Materi Indonesia* 16(2): 83-90.

Widayat D. 2013. *Difraksi Sinar X*. (Online). (<http://labterpadu.undip.ac.id/blog/2013/01/28/difraksi-sinar-x/>, diakses pada 21 November 2017).

Yanuar F dan Widawati M. 2014. *Pemanfaatan Nanoteknologi dalam Pengembangan Pupuk dan Pestisida Organik*. (Online). ([https://www.researchgate.net/publication/264048884\\_PEMANFAATAN\\_NANOTEKNOLOGI\\_DALAM\\_PENGEMBANGAN\\_PUPOK\\_DAN\\_PESTISIDA\\_ORGANIK](https://www.researchgate.net/publication/264048884_PEMANFAATAN_NANOTEKNOLOGI_DALAM_PENGEMBANGAN_PUPOK_DAN_PESTISIDA_ORGANIK), diakses pada 21 November 2017).

