



GAMBARAN PERMUKAAN MEMBRAN KOMPOSIT

NANOHIDROKSIPATIT – MAGNESIUM OKSIDA

(nHA-MgO) SEBAGAI KANDIDAT NANOMATERIAL PADA

STUDI PENDAHULUAN KEDOKTERAN GIGI

SKRIPSI

**UNTUK MEMENUHI PERSYARATAN
MEMPEROLEH GELAR SARJANA**

Oleh:

MEYTA DINDA AULIYA

NIM :155070400111008

PROGRAM STUDI SARJANA KEDOKTERAN GIGI

FAKULTAS KEDOKTERAN GIGI

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2019



HALAMAN PERSETUJUAN

SKRIPSI

**MEMBRAN KOMPOSIT NANOHIDROKSIAPATIT –
MAGNESIUM OKSIDA (nHA-MgO) SEBAGAI KANDIDAT
NANOMATERIAL KEDOKTERAN GIGI**

Oleh:

Meyta Dinda Auliya

155070400111008

Menyetujui untuk diuji:

Pembimbing 1

Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc

NIP. 195502011985032001

Pembimbing 2

drg. Ariyati Retno Pratiwi, M. Kes

NIP. 2016079001072001



PERNYATAAN ORISINILITAS SAYA

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, 05 Maret 2019

Yang menyatakan,

Meyta Dinda Auliya

NIM. 155070400111008

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum wr. wb. Segala puji dan syukur atas kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat, karunia, dan ridho-Nyalah penulis dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul "Porusitas Membran Komposit NanoHidroksipatit – Magnesium Oksida ($n\text{HA}-\text{MgO}$) sebagai Kandidat Nanomaterial Kedokteran Gigi". Skripsi ini diajukan untuk memenuhi persyaratan memperoleh gelar Sarjana Kedokteran Gigi.

Penulis menyadari 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. Drg. Lalita El Milla, M.Si selaku dosen penguji Skripsi ini.

6. Secara khusus penghargaan, rasa hormat, dan terimakasih yang tak terhingga kepada Mama Wahyuningsih, Ayah Fathorrosi, SH dan Kakak Dini Awaliyaturn Rohcmawati, SH atas segala doa, perhatian, dukungan, kasih sayang dan kesabaran yang selalu diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi ini.

7. Teman-teman kelompok penelitian *nanomedicine*, terutama Fanny dan Sefrina sebagai partner yang memberi semangat kepada penulis.

8. 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, 05 Maret 2019

Penulis



ABSTRAK

Auliya Dinda Meyta, 155070400111008, Program Studi Pendidikan Dokter Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Brawijaya Malang, 5 Februari 2019. **“Porositas Membran Komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida (nHA-MgO) sebagai Kandidat Nanomaterial Kedokteran Gigi”**. Pembimbing: Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc dan drg. Ariyati Retno Pratiwi, M. Kes.

Fraktur maksila atau fraktur wajah merupakan terputusnya kontinuitas tulang epifisis atau tulang rawan sendi. *Bone graft* xenograft dibutuhkan untuk menstabilkan struktur dan ikatan pada tulang serta menstimulasi osteogenesis. Berbagai teknik bedah dan bahan terus dikembangkan untuk meningkatkan regenerasi tulang. Salah satu metode bedah yang bisa digunakan yaitu *barrier membran* GTR. Membran digunakan untuk membatasi bone graft supaya tidak ke daerah yang tidak diinginkan untuk regenerasi tulang. Untuk membuat membran ini menggunakan NanoHidroksiapatit yang dikombinasikan dengan Magnesium Oksida. NanoHidroksiapatit juga bersifat osteokondusi yang mampu menginduksi dan menstimulasi sel-sel punca dan osteoblas untuk berproliferasi dan diferensiasi dalam proses osteogenesis. Magnesium oksida memiliki sifat antibakteri yang besar terhadap bakteri gram negatif dan gram positif karena magnesium oksida dapat masuk ke dalam inti bakteri dan memberikan area permukaan untuk dapat berinteraksi sehingga bisa menghambat mekanisme pertumbuhan bakteri. Pembuatan membran ini menggunakan metode *freeze drying*. Ukuran porositas dan luas permukaan merupakan bagian penting untuk pertumbuhan jaringan tulang ke dalam membran, semakin kecil porositas semakin banyak sel-sel yang tumbuh didalamnya sehingga semakin cepat proses osteogenesis. Untuk mengetahui struktur porositas membran komposit nHA-MgO digunakan SEM. Membran komposit nHA–MgO yang memiliki pori dapat menyediakan ruang yang baik untuk adhesive sel dan proliferasi dalam proses osteogenesis tulang.

Keyword : Fraktur Maksila, GTR, Membran Komposit, NanoHidroksiapatit, Magnesium Oksida, *Freeze Drying*, SEM.

ABSTRACT

Auliya Dinda Meyta. 155070400111008. Dentistry Education Study Program. The Faculty of Dentistry in the University of Brawijaya Malang. February 5, 2019. **“The Porous Nano-Hydroxyapatite Composite Membrane-Magnesium Oxide (nHA-MgO) as the Candidate of Nanomaterials in Dentistry.”** Advisor: Dr. dr. Retty Ratnawati, M. Sc and drg. Ariyati Retno Pratiwi, M. Kes.

Maxillary fracture or facial fracture is the breaking of epiphysis bone or joint cartilage continuity. Bone graft using xenograft is needed to stabilize the structures and ligaments in the bone along with stimulating osteogenesis. Various surgical techniques and materials always developed in order to improve bone regeneration. One of the surgical methods that can be used is barrier membrane GTR. The inareas for bone regeneration. In order to make this membrane, it is using Nano-Hydroxyapatite combined with Magnesium Oxide. Nano-Hydroxyapatite is also osteoconductive which is able to induce and stimulate stem cells and osteoblasts to proliferate and differentiate in the process of osteogenesis. Magnesium oxide has good antibacterial activity against gram negative and gram positive bacteria, because magnesium oxide can enter the nucleus of the bacteria and provide a surface area for interaction, so that it can hinder the mechanism of bacterial growth. The method to develop this membrane is using Freeze Drying method. The size of the porous and surface area is an important part for the growth of bone tissue into the membrane because the smaller of the porous will make the more cells grow in it, so the process of osteogenesis will become faster. In favor to see or observe the porous structure of Nano-Hydroxyapatite composite membranes - Magnesium oxide, is used Scanning Microscopy Electron (SEM). This pore nHA-MgO composite membrane can provide a good space for cell adhesive and proliferation in the process of bone osteogenesis.

Keyword: Maxillary Fracture, Guided Tissue Regeneration (GTR), Nano-Hydroxyapatite Composite Membrane, Magnesium Oxide, *Freeze drying SEM*.

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Lembar Persejukan	iii
Kata Pengantar	iv
Daftar Isi	vi
Daftar Gambar	ix
Daftar Lambang dan Singkatan	x
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.3.1 Tujuan Umum.....	4
1.3.2 Tujuan Khusus.....	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.4.1 Manfaat Akademik	4
1.4.2 Manfaat Praktis.....	5
1.4.3 Manfaat Bagi Peneliti	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Biomaterial	7
2.2 Nanoteknologi	8
2.3 <i>Hydroxyapatite</i>	9
2.4 <i>Magnesium Oxide</i>	12
2.5 Uji Toksisitas	13

2.6 MTT Assay	15
BAB 3 KERANGKA KONSEP DAN HIPOTESIS PENELITIAN	
3.1 Kerangka Konsep.....	17
3.2 Hipotesis Penelitian	29
BAB 4 METODE PENELITIAN	
4.1 Rancangan Penelitian.....	21
4.2 Sampel Penelitian	21
 4.2.1 Sampel	21
 4.2.2 Besar Sampel	21
4.3 Variabel Penelitian.....	22
 4.3.1 Variabel Terikat	22
 4.3.2 Variabel Bebas	22
4.4 Lokasi dan Waktu Penelitian	23
4.5 Alat dan Bahan	23
 4.5.1 Pembuatan Membran Komposit HA-MgO.....	23
 4.5.2 Pembuatan Membran Komposit nHA-MgO.....	24
 4.5.3 Uji Toksisitas.....	24
4.6 Definisi Operasional	25
 4.6.1 <i>Nano Hydroxyapatite</i> (nHA)	25
 4.6.2 Membran Komposit nHA-MgO	26
 4.6.3 Membran Komposit HA-MgO	26
 4.6.4 Sel <i>Human Gingival Fibroblast</i> (HGF).....	26
 4.6.5 Uji Toksisitas.....	26
4.7 Prosedur Penelitian	26
 4.7.1 Pembuatan Membran Komposit HA-MgO.....	26
 4.7.2 Pembuatan Membran Komposit nHA-MgO.....	27

4.7.3 Kultur Sel <i>Human Gingival Fibroblast (HGF)</i> ..	29
4.7.4 Panen Sel <i>Human Gingival Fibroblast (HGF)</i> ... 29	
4.7.5 Uji Toksisitas.....	30
4.8 Alur Penelitian.....	32
4.9 Analisis Data.....	33

Daftar Pustaka	35
-----------------------------	-----------



DAFTAR GAMBAR	
1 Struktur Heksagonal HA	11
2 Struktur Monoklinik HA	11



DAFTAR SINGKATAN

GTR	= <i>Guided Tissue Regeneration</i>
HA	= Hidroksiapatit
MgO	= Magnesium Oksida
nHA	= NanoHidroksiapatit
SEM	= <i>Scanning Electron Microscopy</i>
PVA	= Polivinil Alkohol
P	= Fosfat
Ca	= Kalsium

1.1. Latar Belakang

Fraktur tulang dapat mengganggu aktivitas seseorang. Menurut *World Health Organization* (WHO), lebih dari 9 orang meninggal setiap menit karena cedera dan kekerasan. Sebagian besar cedera melibatkan daerah maksilofasial. Daerah maksilofasial berhubungan dengan fungsi penting seperti penglihatan, penciuman, pengunyanan, pernafasan dan berbicara. Fungsi – fungsi tersebut berpengaruh pada cedera dan berakibat pada kualitas hidup yang buruk. Fraktur maksilofasial merupakan salah satu bagian dari bidang ilmu bedah mulut yang perlu perhatian khusus dalam kasus yang terjadi dan penanganan yang telah dilakukan (Choonthar *et al.*, 2016). Fraktur tulang merupakan terputusnya atau hilangnya kontinuitas dari struktur tulang serta kartilago atau tulang rawan. Terjadinya fraktur sering mengakibatkan kerusakan yang komplit dan fragmen tulang terpisah. Penanganan fraktur tulang dapat dilakukan dengan tindakan pembedahan yaitu dengan pemasangan implan, external fixsasi, immobilisasi gips atau bone graft (Retno *et al.*, 2014).

Bone graft, pengganti tulang dan faktor bioaktif dapat meningkatkan proses tulang, bone graft dapat meningkatkan penyembuhan karena memiliki sifat mekanisme osteoinduktif, osteokonduktif dan osteogenik. Bone graft dapat dilakukan untuk

2

memperbaiki kerusakan yang diakibatkan oleh adanya penyakit, kecelakaan ataupun kelainan pada pertumbuhan dan perkembangan tulang. Bone graft harus bersifat biokompatibel yaitu dapat diterima oleh tubuh, memiliki sifat mekanik yang baik, dan mudah dimanipulasi. Bone graft harus mudah dibentuk dan diaplikasikan ke dalam defek pada tulang dalam waktu singkat. Penggantian tulang dapat dikategorikan secara luas ke dalam bone graft yaitu autograft, allograft dan xenograft (Kwong *et al.*, 2008).

Hidroksiapatit (HA) merupakan salah satu komponen utama mineral tulang dan gigi, hidroksiapatit memiliki biokompatibilitas dan sifat mekanik yang baik sehingga berpotensi dalam proses regenerasi tulang. Hidroksiapatit bersifat osteokonduksi, yaitu mampu menginduksi dan menstimulasi sel-sel osteoblast untuk berproliferasi dan berdiferensiasi dalam pembentukan tulang baru.

Osteokonduksi suatu material dipengaruhi oleh bentuk dan struktur yaitu pori, ukuran pori, hubungan antar pori dan kekerasan permukaan, Hidroksiapatit yaitu memiliki sifat mekanik yang sangat rendah dibanding dengan tulang dan kesulitan Hidroksiapatit memiliki sifat ter-aglomerasi tinggi yang susah untuk terdistribusi secara merata sehingga Hidroksiapatit perlu diperbaiki menggunakan teknologi nano untuk memperkecil ukurannya menjadi nano dan

Pelarut atau polimer yang bisa membuat Hidroksiapatit terdistribusi secara merata (Darwis *et al.*, 2008).

NanoHidroksiapatit (nHA) merupakan bahan bioaktif ideal yang komposisi dan struktur kristalnya berdekatan dengan tulang

alami, dan dapat langsung terikat pada jaringan tulang secara *in vivo*. NanoHidroksiapatit (nHA) telah dikembangkan sebagai biomaterial untuk regenerasi tulang karena bersifat osteokonduktif, ketahanan abrasi, tahan korosi dan sifat kimia yang stabil. NanoHidroksiapatit (nHA) mempunyai mikrostruktur tiga dimensi untuk mempercepat jaringan tulang, kolonisasi fibrovaskular dan saraf. Karena ukurannya yang nano maka NanoHidroksiapatit dapat terdistribusi lebih merata kedalam partikel Magnesium Oksida (Pepla *et al.*, 2014).

Tujuan penanganan fraktur tulang adalah untuk meminimalkan terjadinya infeksi pada luka, jaringan lunak dan tulang untuk mempercepat penyembuhan jaringan lunak dan tulang. Infeksi yang terjadi pada fraktur tulang disebabkan karena adanya bakteri yang berkembang biak. Magnesium Oksida (MgO) mempunyai sifat antibakteri sehingga mampu untuk menghambat pertumbuhan bakteri. Magnesium Oksida (MgO) memiliki aktivitas antibakteri yang besar terhadap bakteri gram negatif dan gram positif karena magnesium oksida (MgO) dapat dengan mudah masuk ke dalam inti bakteri yang dapat menghambat mekanisme pertumbuhan. Material ini memiliki konduktivitas stabil pada suhu tinggi, tahan korosi pada suhu tinggi sehingga banyak dikembangkan untuk industri dan teknologi (Sadr *et al.*, 2016).

Membran *Guided Tissue Regeneration* (GTR) berupa barrier atau pembatas untuk membatasi bone graft supaya bone graft tidak kedaerah yang tidak diinginkan. Membran berbentuk seperti



selembar kertas tipis. Adanya interaksi dengan tubuh menuntut membran harus bersifat biokompatibel sehingga tidak terjadi reaksi penolakan tubuh. Hal lain yang harus diperhatikan oleh membran yaitu permukaan membran yang terdapat pori. Pori pada membran dapat dihasilkan dengan menggunakan metode *freeze-drying*. Membran komposit pada penelitian ini terdiri dari bahan keramik sebagai *filler* yaitu Hidroksiapatit, Nanohidroksiapatit dan Magnesium Oksida. *matrik* yang digunakan yaitu Polivinil alkohol sebagai bahan polimer sintetik yang memiliki sifat larut dalam air dan *biodegradable* (Kumbar *et al.*, 2008).

Pori merupakan ruang kosong yang berongga pada permukaan membran komposit. Ukuran pori yang ideal untuk membran komposit 100-300 μm untuk meningkatkan pembentukan tulang dan pembentukan kapiler. Pori yang kecil atau rapat dapat meningkatkan sifat mekanik membran sehingga membran semakin kuat sebagai barrier untuk aplikasi bone graft. Pori pada membran sangat dibutuhkan untuk meningkatkan *biodegradable* dan akan terdegradasi. Ukuran pori dan luas permukaan merupakan bagian penting untuk meningkatkan pertumbuhan jaringan tulang ke dalam membran. Makroporusitas dan mikroporusitas bekerja bersama untuk memfasilitasi pertumbuhan jaringan. Membran NanoHidroksiapatit (nHA) berpori memiliki aktivitas biologis yang lebih baik dengan luas permukaan spesifik yang tinggi, karena struktur tiga dimensi memiliki daerah kontak besar yang memfasilitasi adhesi dan diferensiasi (Qian *et al.*, 2010).

Permukaan membran NanoHidroksiapatit-Magnesium oksida ($n\text{HA}-\text{MgO}$) yang berpori dapat dilihat menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. *Scanning Elektron Microscopy (SEM)* digunakan untuk mengamati permukaan sel atau struktur mikroskopik lain (Anggraeni., 2016).

Pembuatan NanoHidroksiapatit ($n\text{HA}$) dalam penelitian ini dibuat dengan menggunakan metode elektrokimia. Penelitian ini membuat membran komposit NanoHidroksiapatit yang direaksikan dengan

Magnesium Oksida ($n\text{HA}-\text{MgO}$) menggunakan metode *wet chemical* dan mengamati gambaran mikroskopis permukaan membran komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida ($n\text{HA}-\text{MgO}$) dan membran komposit Hidroksiapatit-Magnesium Oksida ($\text{HA}-\text{MgO}$) menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

1.2 Rumusan Masalah

Apakah terdapat perbedaan gambaran permukaan membran komposit NanoHidroksiapatit - Magnesium Oksida ($n\text{HA}-\text{MgO}$) dengan membran komposit Hidroksiapatit - Magnesium Oksida ($\text{HA}-\text{MgO}$) yang diuji dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

1.3 Tujuan Penelitian

1.3.1 Tujuan Umum

Mengetahui perbedaan gambaran permukaan membran komposit NanoHidroksiapatit - Magnesium Oksida

6

(nHA-MgO) dengan membran komposit Hidroksiapatit - Magnesium Oksida (HA-MgO) yang diuji dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

1.3.2 Tujuan Khusus

1. Mengetahui gambaran permukaan membran komposit NanoHidroksiapatit - Magnesium Oksida (nHA-MgO) yang diukur dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.
2. Mengetahui gambaran permukaan membran komposit Hidroksiapatit-Magnesium Oksida (HA-MgO) yang diukur dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

1.4 Manfaat Penelitian

1.4.1 Manfaat Akademik

Membran komposit NanoHidroksiapatit-Magnesium Oksida (nHA/MgO) diharapkan dapat berpotensi sebagai alternatif kandidat nanomaterial baru dalam terapi bidang kedokteran gigi.

1.4.2 Manfaat Praktis

Membran komposit NanoHidroksiapatit-Magnesium Oksida (nHA-MgO) diharapkan dapat sebagai kandidat nanomaterial dalam pemilihan terapi dibidang kedokteran gigi.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Teknologi Nano

Teknologi nano adalah sebuah seni merekayasa material dalam ukuran kurang dari 100 nano meter melalui berbagai macam metode kimia maupun fisika untuk mendapatkan desain, fungsi, dan penampilan produk yang diinginkan. Teknologi nano juga melibatkan karakteristik dan pengaturan material-material pada level molekul atau atom. Pada ukuran nano, sifat fisik, kimia, dan biologis bahan menjadi berbeda dari sifat bahan tersebut ketika berada di level molekul atau atom maupun pada ukuran yang lebih besar (Subramani *et al.*, 2012). Terknologi nano merupakan pemahaman dan kontrol materi yang berdimensi antara 1 – 100 nanometer. teknologi nano tidak dapat dipisahkan dari penelitian tentang nanomaterial dan nanopartikel. Nanomaterial merupakan material dengan dimensi berukuran 100 nanometer atau kurang. Nanomaterial memiliki 1 dimensi pada skala nanometer, yaitu 1 nanometer sama dengan 1×10^{-9} m (Khurshid *et al.*, 2013).

Nano teknologi dalam tiga terminologi berdasarkan kebutuhan yaitu yang pertama, teknologi nano ditujukkan pada perkembangan teknologi di level atom, molekul, atau makromolekul dalam kisaran 1 – 100 nano meter. Terminologi kedua dari teknologi nano adalah membuat dan menggunakan susunan, alat dan sistem yang memiliki sifat-sifat dan fungsi-fungsi baru akibat ukurannya

yang kecil. Oleh karena itu, teknologi nano juga dapat didefinisikan sebagai kemampuan untuk mengatur atau memanipulasi pada ukuran atom atau molekul (Subramani *et al.*, 2012). Jaringan keras gigi yaitu dentin, enamel, dan sementum tersusun dari unit-unit dalam ukuran nano.

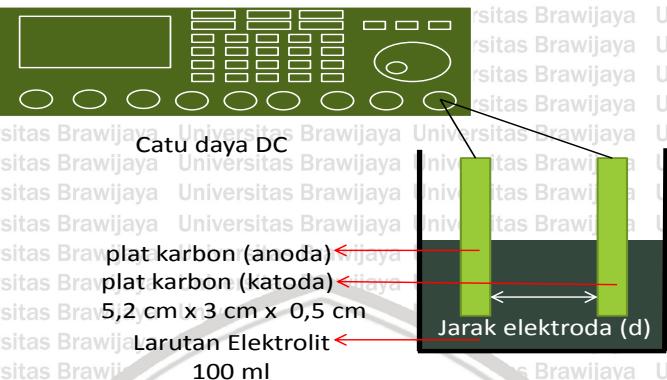
Biomaterial buatan yang menyerupai bentuk dan ukuran asli dibutuhkan untuk mendapatkan sifat-sifat yang cocok dengan jaringan asli tersebut. Beberapa hal yang dapat dilakukan dengan menggunakan teknologi nano diantaranya adalah produksi material buatan yang sifat dan bentuk morfologinya serupa dengan jaringan asli gigi dan penggantian jaringan gigi yang hilang melalui regenerasi (Stipniece *et al.*, 2013).

Perkembangan nanoteknologi tidak dapat dipisahkan dari penelitian tentang nanomaterial dan nanopartikel. Nanomaterial merupakan salah satu kajian yang penting di bidang penelitian dan pengembangan aplikasi nanoteknologi karena aplikasi yang luas, diantaranya adalah bidang biomedis, bioteknologi, teknik ilmu material dan lingkungan. Salah satu nanomaterial yang dikembangkan dalam skala industri adalah keramik. Bahan keramik merupakan salah satu material menarik yang perkembangannya sangat pesat. Bahan ini merupakan sumber daya yang banyak digunakan untuk penggunaan rekayasa jaringan maupun penerapan medis. Bahan ini mempunyai sifat kekerasan yang relatif tinggi, titik leleh yang tinggi, dan tahan terhadap korosi (Alpionita *et al.*, 2015).

2.2 Elektrokimia

Elektrokimia merupakan cabang ilmu dari kimia yang mempelajari reaksi yang terjadi pada permukaan penghantar listrik dan penghantar ion yang melibatkan energi listrik. Dalam elektrokimia, reaksi kimia yang terjadi merupakan reaksi reduksi dan reaksi oksidasi yang disebut redoks. Prinsip dasar elektrokimia merupakan transfer elektron antara permukaan elektroda dengan molekul di dalam larutan. Suatu sel elektrokimia tersusun dari dua elektroda dan larutan elektrolit (Martasari *et al.*, 2012).

Pada penelitian ini sintesis hidroksiapatit (HA) dibuat menjadi ukuran nano dengan metode elektrokimia dilakukan dengan menggunakan arus konstan. Larutan elektrolit dicampurkan $\text{Na}_2\text{HEDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, KHPO_4 dan C_aCl_2 pada konsentrasi $\text{Ca}/\text{EDTA}/\text{PO}_4^{3-} = 0,25/0,25/0,15$ M. Elektroda anoda dan katoda berupa karbon berukuran 52 mm x 20 mm x 5 mm. kedua elektroda dihubungkan menjadi satu daya searah (GW Instek GPD) X303S. Kemudian, endapan dihasilkan pada suhu 40°C selama kurang lebih 3 hari, kemudian dipisahkan antara larutan dan endapan dengan menyaring menggunakan kertas saring, selanjutnya dicuci dengan menggunakan *demineralized water*, dikeringkan selama kurang lebih dua hari. Selama pembuatan sintesis NanoHidroksiapatit dilakukan dengan menggunakan gelas kimia 250 mL. Arus divariasi dari 13 mA/cm² – 53 mA/cm², waktu elektrolisa atau penguraian elektrolit oleh arus listrik selama 1,5 – 9 jam, suhu pengeringan $40 - 200^\circ\text{C}$ dan konsentrasi EDTA 0,1 – 0,4 M (Nur *et al.*, 2012).



Gambar 1: Rangkaian Alat Sintesis NanoHidroksiapatit
Sumber: Adrian et al., 2012

2.3 Membran Komposit

Membran merupakan pembatas (barrier) tipis yang sangat selektif diantara dua fasa yang mengatur suatu lapisan tipis antara dua fasa yang mengatur perubahan substansi tertentu berdasarkan sifat fisik dan kimianya. Proses pemisahan dengan membran dapat terjadi karena adanya pori, bentuk, serta struktur kimia. Sifat-sifat membran perlu dikarakterisasi, yang meliputi efisiensi serta mikrostruktturnya. Efisiensi membran ditentukan oleh permeabilitas dan perselektifitas. Permeabilitas merupakan ukuran kecepatan dari suatu spesi untuk melewati membran. Sifat ini dipengaruhi oleh jumlah dan ukuran pori, tekanan yang diberikan, serta ketebalan membran. Selektivitas membran ditentukan lewat hubungan antara ukuran pori dan ukuran partikel yang dipisahkan (Maulina., 2016).

Semakin rapat struktur membran, jarak antar molekul dalam membran semakin rapat sehingga sifat mekaniknya meningkat.

Membran komposit terdiri dari dua atau lebih material yang berbeda. Membran mampu memisahkan partikel-partikel tertentu karena karakteristik pori yang dimilikinya. Membran berfungsi sebagai *filler* yang spesifik. Membran harus bersifat biokompatibel sehingga tidak toksik bagi tubuh. Membran dibuat dari bahan polimer seperti polivinil alkohol dan bahan keramik yaitu Hidroksiapatit, nanohidroksiapatit dan magnesium oksida. Bentuk permukaan komposit cocok sebagai media perlekatan sel. Pembuatan membran komposit menggunakan bahan keramik sebagai *filler* yaitu Hidroksiapatit, NanoHidroksiapatit dan Magnesium Oksida dan matrik yang digunakan yaitu Polivinil Alkohol sebagai bahan polimer sintetik(Fanani *et al.*, 2014).

2.4 Hidroksiapatit (HA)

Hidroksiapatit (HA) dengan rumus kimia $[Ca_{10}(PO_4)_6OH_2]$ merupakan material yang sering diaplikasikan dalam bidang medis untuk menggantikan mineral jaringan tulang. Hidroksiapatit (HA) memiliki komposisi dan kristalinitas yang hampir mirip dengan tulang manusia yaitu tersusun dari mineral kalsium (Ca) dan fosfat (P) sebagai komponen tulang manusia. Hidroksiapatit (HA) merupakan kalsium fosfat yang paling stabil dibawah kondisi fisiologi normal, bersifat biokompatibel dan osteoinduksi. Osteokonduksi suatu material dipengaruhi oleh bentuk dan strukturnya yaitu porositas, ukuran poros, hubungan antar poros dan kekasaran permukaan. Hidroksiapatit (HA) merupakan material



12

seperti tulang yang mempunyai sifat berikanan dengan tulang secara baik, mendorong pertumbuhan tulang pada implantasi (Sardjito, 2012).

Kemampuan untuk mengisi segmen yang hilang dalam jaringan tulang dan dukungan jaringan host membuat lebih mudah dimanipulasi sebagai bahan rekayasa jaringan. Hidroksiapatit (HA) berpotensi untuk digunakan sebagai pengganti bone graft tulang dengan sifat biokompatibilitas yang baik terhadap tulang dan gigi.

Hidroksiapatit (HA) telah banyak digunakan sebagai implan biomedik dan regenerasi tulang karena mempunyai sifat bioaktif dan *biodegradable*. Namun Hidroksiapatit (HA) mempunyai kelemahan yaitu bersifat rapuh, tidak bersifat osteoinduktif, sifat mekanik rendah dan memiliki struktur yang tidak stabil pada saat bercampur dengan cairan tubuh atau darah pasien. Penyembuhan tulang pada kasus kerusakan tulang merupakan suatu proses yang komplek dan diperlukan adanya proses osteosis yaitu osteokonduksi dan osteoinduksi. Untuk meningkatkan proses osteosis pada penanganan kerusakan tulang diperlukan suatu bahan yang mempunyai sifat osteoinduksi pada Hidroksiapatit sintetik. Selain itu agar tulang sintetik ini tidak mudah rapuh, diperlukan adanya pencampuran dengan senyawa yang bersifat elastis seperti polivinil (Darwis *et al.*, 2008).

Hidroksiapatit (HA) merupakan penyusun utama bagian mineral tulang dan gigi. Hidroksiapatit (HA) dengan ukuran nano sangat bermanfaat sebagai pengganti tulang, karena tulang tersusun

atas komponen inorganik terutama Hidroksiapatit (HA) dengan struktur nano. Selain itu ukuran nano akan lebih mudah diserap tubuh karena mempunyai luas permukaan yang besar. Kekuatan serta sifat mekaniknya tergantung pada porositas dan fase sekunder.

Porusitasnya memainkan peran penting dalam rekayasa jaringan karena interkoneksi porositas (Ardhiyanto *et al.*, 2011).

Sifat termal Hidroksiapatit (HA) rendah sehingga bisa menyebabkan terjadinya keretakan pada permukaannya. Untuk memperbaiki kelemahan dari bahan keramik, yaitu dari sifat listrik, mekanik, maupun sifat lain maka dikembangkan rekayasa bahan

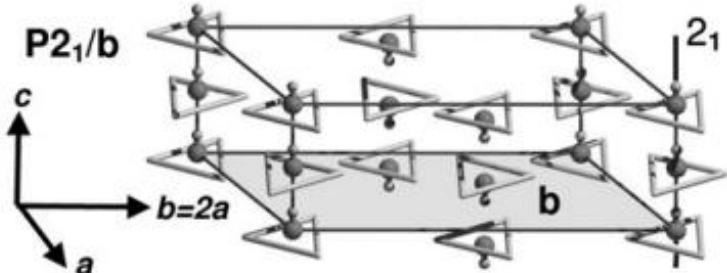
keramik berstruktur nano. Semakin kecil ukuran nano dari suatu material luas permukaannya semakin besar. Sifat mekanis hidroksiapatite (HA) bervariasi, karena adanya variasi struktur seperti pengaruh porositas, ukuran butir dan pembuatan hidroksiapatit (HA) yang bervariasi. Rasio perbandingan Ca/P juga berpengaruh terhadap sifat mekanik hidroksiapatit (HA). Semakin besar perbandingan rasio Ca/P maka kekuatan akan semakin meningkat, namun perbandingan akan mencapai maksimum pada Ca/P = 1,67 atau $\text{Ca}/\text{P} < 1,67$ (Darwis *et al.*, 2008).

Hidroksiapatit (HA) dapat digunakan dalam bentuk serbuk maupun bentuk blok untuk mengganti kerusakan tulang.

Hidroksiapatit (HA) yang berasal dari pengolahan serbuk memiliki potensi yang besar sebagai pengganti tulang karena mudah terserap oleh tulang dan dapat diterima oleh tubuh. Hidroksiapatit (HA) 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 (HA) dengan struktur nano memiliki kerapatan, kekuatan dan sifat bioaktif yang lebih baik (Guatam *et al.*, 2016).



Gambar 2: Struktur Monoklinik HA
Sumber: Corno *et al.*, 2006

Hidroksiapatit (HA) berstruktur nano dapat meniru permukaan dan karakteristik bentuk tulang sebagai perekatan, proliferasi dan meniralisasi osteoblas. Efek lain dari hidroksiapatit (HA) berstruktur nano yaitu kepadatan tinggi, ketahanan abrasi yang tinggi, daya tahan dan kemampuan untuk melepaskan ion kalsium dan fosfat yang merangsang pertumbuhan tulang. Hidroksiapatit (HA) memiliki dua struktur kristal yang berbeda, yaitu monoklinik dan heksagonal. Hidroksiapatit (HA) dengan struktur monoklinik didapatkan jika kondisi benar-benar stoikimetrik (rasio Ca/P 1,67).

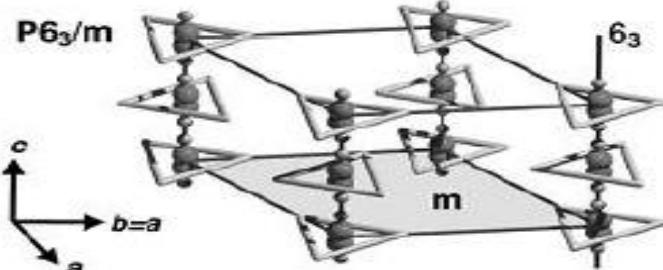
Struktur ini memiliki stabilitas thermal yang baik. Sedangkan hidroksiapatite (HA) yang terdapat pada gigi, tulang serta hidroksiapatit (HA) sintesis memiliki struktur kristal heksagonal.

Pada suhu yang tinggi, hidroksiapatit (HA) terurai menjadi fase



sekunder tri-calcium phosphate dan tetra tri-calcium phosphate.

Keduanya merupakan fase stabil saat suhu tinggi, namun kurang stabil dan terdegradasi dalam kondisi fisiologis yang tinggi (Gautam *et al.*, 2016).



Gambar 3: Struktur Heksagonal HA
Sumber: Corno *et al.*, 2006

2.5 NanoHidroksiapatit

NanoHidroksiapatit (nHA) merupakan salah satu material yang bersifat biokompatibel dan bioaktif. Bioaktif adalah material yang mampu memacu terbentuknya lingkungan yang sesuai untuk proses osteogenesis ataupun dengan adanya lapisan mineralisasi yang terbentuk sebagai penghubung antara bahanaw dan jaringan. NanoHidroksiapatit (nHA) banyak digunakan dalam terapi periodontal, bedah mulut dan maksilofasial. Selain itu NanoHidroksiapatit juga bersifat osteoinduktif yang sangat baik sehingga dapat meningkatkan integrasi tulang. Hal ini dikarenakan sifat dan kemampuannya untuk mengikat ikatan kimiawi dengan

tulang untuk tidak menginduksi toksisitas atau pembengkakan dan untuk merangsang pertumbuhan tulang melalui tindakan langsung pada osteoblast (Shakir *et al.*, 2018)

2.6 Magnesium Oksida

Pembuatan bahan keramik tidak pernah berhenti, baik untuk pemanfaatan rekayasa material maupun penerapan dibidang medis, karena bahan keramik mempunyai ketahanan terhadap panas, tahan korosi, dan sifat listrik yang spesifik. Magnesium Oksida (MgO) adalah mineral padat higroskopis putih yang terjadi secara alami.

Material ini memiliki konduktivitas atau penghantar listrik yang stabil pada suhu tinggi, tahan korosi pada suhu tinggi serta tersedia secara melimpah di alam. Hal ini membuat Magnesium Oksida (MgO) banyak dikembangkan dalam bidang kedokteran dan kedokteran gigi (Hickey *et al.*, 2015).

Magnesium memiliki modulus elastisitas yang sangat rendah, Magnesium Oksida (MgO) merupakan salah satu jenis bahan keramik yang mempunyai titik lebur yang tinggi. Sehingga permukaannya kuat, tahan air dan kedap suara. Magnesium Oksida (MgO) juga mempunyai sifat sebagai antimikroba, nontoksitas dan biokompatibilitas. Ukuran kristal nano partikel Magnesium Oksida (MgO) rata-rata berukuran 23 nano meter yang dilihat dari *Scanning Elektron Microscopy (SEM)*. *Scanning Electron Microscopy (SEM)* menunjukkan bahwa ukuran kristal Magnesium Oksida (MgO) yang didapat sebesar 22,7 nm. Morfologi permukaan nanopartikel

Magnesium Oksida (MgO) pada suhu yang lebih tinggi terlihat semakin homogen dan terdapat sedikit penggumpalan dibandingkan dengan suhu rendah (Stipniece 2013).

Magnesium Oksida (MgO) dikenal sebagai pengganti kation untuk kalsium (Ca) dalam struktur kisi hidroksiapatit (HA). Magnesium juga merupakan salah satu pengganti utama kalsium (Ca) dalam enamel, dentin dan tulang. Magnesium Oksida (MgO) memiliki aktivitas antibakteri yang besar terhadap bakteri gram negatif dan gram positif karena Magnesium Oksida (MgO) dapat dengan mudah masuk ke dalam inti bakteri dan memberikan area permukaan untuk dapat berinteraksi sehingga menghambat mekanisme pertumbuhan bakteri (Sharma *et al.*, 2017)

2.7 Polivinil Alkohol

Polivinil alkohol memiliki struktur kimia yang relatif sederhana dengan sekelompok gugus hidroksil. Polivinil alkohol merupakan suatu material yang dibuat melalui proses alkoholisasi dari polivinil asetat (PV Ac). Polivinil alkohol memiliki sifat tidak berwarna, padatan termoplastik yang tidak larut pada sebagian besar pelarut organic dan minyak, tetapi larut dalam air bila jumlah dari gugus hidroksil dari permeabilitas uap air terendah dari semua polimer tetapi sensitivitas airnya telah membatasi penggunaannya.

Bentuk dari polivinil alkohol berupa serbuk (*powder*) berwarna putih dan memiliki densitas 1,2000-1,3020 g/cm^3 dapat larut dalam air pada suhu 80°C sifat Adesif polivinil alkohol memiliki kekuatan



18

tarik yang tinggi, fleksibilitas yang baik dan sifat penghalang oksigen yang baik (*Cherlina et al.*, 2017).

Polivinil alkohol telah banyak digunakan untuk berbagai aplikasi biomedis dan farmasetik. Polivinil alkohol juga diaplikasikan sebagai bahan sekali pakai. Polivinil alkohol mampu menjaga komponen aktif dan bahan lainnya yang terkandung didalam bahan dari kontak dengan oksigen. Polivinil alkohol memiliki keuntungan yaitu tidak toksik, tidak bersifat karsiogenik, bioadhesif dan mudah dalam pengelolahannya. Polivinil alkohol dapat mengembang didalam air, bersifat seperti karet dan elastis karena sifat polivinil alkohol mampu mensimulasikan jaringan secara alami dan dapat dengan mudah diterima oleh tubuh. Polivinil alkohol dapat diaplikasikan untuk pengganti jaringan lunak, tulang rawan artikular. Polivinil alkohol juga bisa terurai dalam basa kuat atau larut di asam lemah maupun basa lemah (Pamela., 2016).

2.8 Guided Tissue Regeneration (GTR)

Guided tissue regeneration (GTR) merupakan prosedur yang digunakan sebagai regenerasi tulang yang hilang melalui respon jaringan yang berbeda dengan menambah *barrier* (pembatas). Prinsip *tissue engineering* yang digunakan dalam proses regenerasi meliputi kombinasi dari tiga elemen yaitu *scaffolds* atau membran, sel atau *stem cells* dan *growth factors*. *Barrier* (pembatas) berfungsi untuk terapi regeneratif untuk memperbaiki ruang diantara defek dan tulang, menstabilkan proses pembekuan darah (Haney, 2015).

2.9 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. *Scanning Electron Microscopy (SEM)* berfungsi untuk mengetahui mikrostruktur. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filament yang dipanaskan disebut elektron gun. *Scanning Elektron Microscopy (SEM)* mempunyai perbesaran hingga jutaan kali dari pada mikroskop optik. Selain itu, *Scanning Elektron Microscopy (SEM)* merupakan alat multifungsi karena tidak hanya dapat menghasilkan data-data kualitatif tetapi juga data-data kuantitatif. *Scanning Elektron Microscopy (SEM)* mempunyai fasilitas yang lengkap dengan pengontrolan secara komputerisasi. Specimen dapat diperbesar hingga 200.000 kali dengan menggunakan *Scanning Elektron Microscopy (SEM)*. Gambaran *Scanning Elektron Microscopy (SEM)* berupa foto mikrograf menampilkan gambaran hitam putih. Sehingga pada analisis data menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* digunakan analisis kualitatif (Hughes et al., 2014)

Scanning Elektron Microscopy (SEM) dapat mengamati ukuran, distribusi ukuran, serta bentuk nanomaterial. Namun demikian, proses pengeringan sampel dan proses mengkontraskan sampel dapat menyebabkan kerusakan sampel dan mengubah karakteristik nano material. Cara kerja *Scanning Microscopy (SEM)* adalah gelombang elektron yang dipancarkan elektron gun



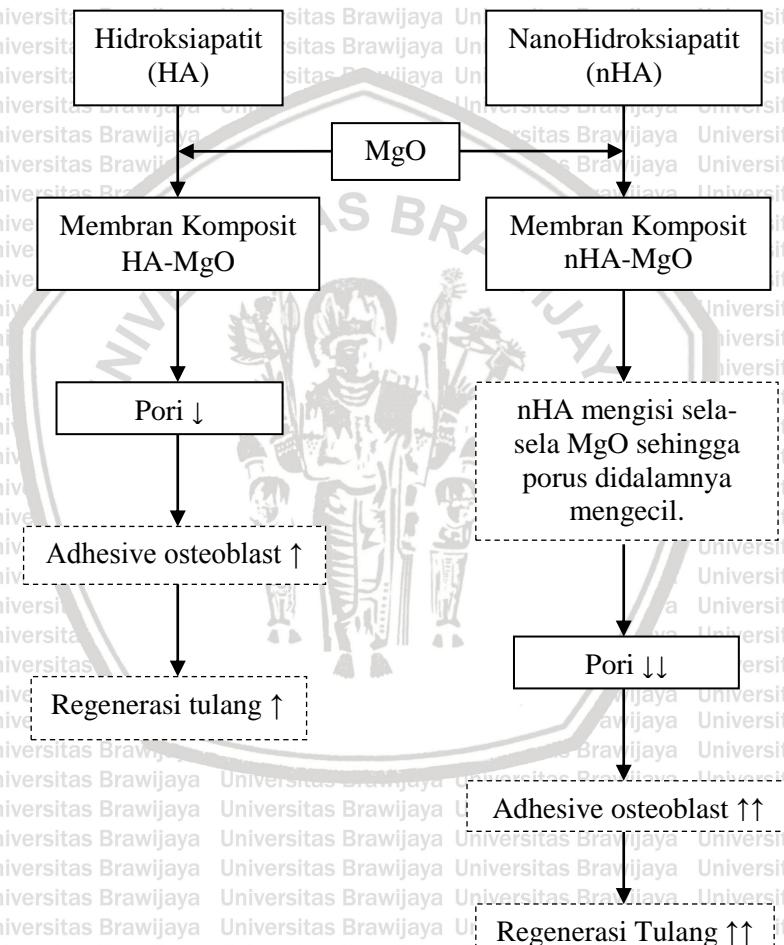
terkondensasi di lensa kondensor dan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. Berkas sinar elektron yang mengenai gambaran yang menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau detektor *backscatter* gambar yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik berbagai intensitas diperlukan *Cathode Ray Tube (CRT)* sebagai topografi gambar. Sistem penyinaran dan lensa pada *Scanning Electron Microscopy (SEM)* sama dengan mikroskop cahaya biasa (Nuha 2016).



BAB 3

KERANGKA KONSEP DAN HIPOTESIS

3.1 KERANGKA KONSEP PENELITIAN



Gambar 4: Kerangka Konsep



: Proses yang diteliti



: Proses yang tidak diteliti



: Tahapan Proses

Secara umum Hidroksiapatit mempunyai sifat

biokompatibilitas yang baik dengan tulang dan gigi. Tetapi

Hidroksiapatit mempunyai kelemahan yaitu bersifat rapuh, sifat

mekanisnya rendah dan tidak bersifat osteoinduktif. Dengan

mengubah Hidroksiapatit menjadi berukuran nano dapat

meningkatkan sifat mekanik Hidroksiapatit. NanoHidroksiapatit

memiliki sifat kepadatan tinggi, ketahanan abrasi tinggi, kemampuan

melepas ion kalsium dan fosfat yang merangsang pertumbuhan

tulang. Pembuatan nanoHidroksiapatit dalam penelitian ini

menggunakan metode elektrokimia.

NanoHidroksiapatit bermanfaat sebagai substansi tulang.

Semakin kecil ukuran partikel, serta bentuk partikel yang didapat

maka akan memperluas pemukaan bidang kontak antara implan

dengan jaringan sekitar, sehingga ikatan yang diperoleh dapat lebih

baik. Porositas terbentuk akibat kekosongan ruang karena

peregangan dan pelepasan partikel NanoHidroksiapatit. Pori yang

dibuat semakin kecil dapat menghasilkan suatu permukaan yang

kuat, sehingga sifat mekaniknya meningkat. oleh karena itu

NanoHidroksiapatit memiliki sifat osteoinduksi sehingga bisa

digunakan untuk regeneratif tulang. Selain mengubah ukuran partikel

Hidroksipatit, dilakukan juga penambahan Magnesium oksida untuk direaksikan menjadi membran komposit.

Dalam penelitian ini diuji apakah terdapat pori dari kedua membran komposit menggunakan alat SEM. Hasil yang diharapkan dari penelitian ini yaitu membran komposit nHA-MgO memiliki pori yang kecil dibandingkan membran komposit HA-MgO sehingga meningkatkan adhesive osteoblas dari membran komposit nHA-MgO.

3.2 Hipotesis Penelitian

Dari penelitian ini didapatkan perbedaan gambaran permukaan membran komposit NanoHidroksipatit - Magnesium oksida dengan membran komposit Hidroksipatit - Magnesium oksida dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.



BAB 4

METODE PENELITIAN

4.1 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian kualitatif deskriptif

Penelitian tersebut adalah penelitian yang datanya kualitatif. Data yang disampaikan dalam bentuk verbal. Data umumnya dalam bentuk gambar. Data dapat diperoleh melalui observasi.

4.2 Sampel dan Besar Sampel

4.2.1 Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO.

4.2.2 Besar Sampel

Dalam penelitian ini terdapat 2 sampel yaitu membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO.

4.3 Variabel Penelitian

4.3.1 Variabel Terikat

Pori membran komposit nHA-MgO dan membran komposit HA-MgO.

4.3.2 Variabel Bebas

Membran komposit NanoHidroksipatit

Magnesium oksida (nHA-MgO) dan konsentrasi Magnesium

Oksida (MgO) yaitu 2wt%.

4.3.3 Variabel Kontrol

Cara sintesis Nanohidroksipatit - Magnesium

Oksida (nHA/MgO).

4.4 Definisi Operasional

4.4.1 NanoHidroksipatit (nHA)

NanoHidroksipatit merupakan serbuk hidroksipatit

(HA) dengan skala nano yang dibuat dengan menggunakan metode elektrokimia.

4.4.2 Membran Komposit HA-MgO

Membran komposit HA-MgO merupakan gabungan

dua material yaitu serbuk HA dan serbuk MgO yang dibuat dalam bentuk membran dengan ukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm.

4.4.3 Membran Komposit nHA-MgO

Membran komposit nHA-MgO merupakan

gabungan dua material yaitu serbuk nHA yang disintesis dengan menggunakan metode elektrokimia dan serbuk MgO yang dibuat dalam bentuk membran dengan ukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm.



4.4.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Elektron Microscopy (SEM) merupakan alat yang digunakan untuk mengukur diameter porositas membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO dengan perbesaran 500 kali.

4.5

Lokasi dan Waktu Penelitian

4.6

Pembuatan Membran komposit dilakukan di Laboratorium Biofisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya. Uji diameter porositas menggunakan alat

SEM dilakukan di Laboratorium Sentral Ilmu Hayati Universitas Brawijaya. Penelitian ini berlangsung selama kurang lebih 3 bulan.

Bahan dan Alat / Instrumen Penelitian

4.6.1 Membran Komposit nHA-MgO

Bahan yang digunakan dalam pembuatan membran komposit nHA-MgO yaitu (Warastuti *et al.*, 2015).

- a. 3 gr serbuk nHA yang telah dibuat dengan menggunakan metode elektrokimia
- b. 2 gr serbuk MgO (*Merck*)
- c. 3 gr serbuk polivinil alkohol (PVA)
- d. 100 ml aquades

Alat yang digunakan dalam pembuatan membran komposit nHA-MgO yaitu :

- a. Gelas kimia
- b. Petridisk ukuran 6 cm

- c. Aluminium foil
- d. Spatula
- e. Thermometer air raksa
- f. Freezer
- g. Freeze Drying
- h. Neraca Digital
- i. Statip dan magnetic stirrer

4.6.2 Membran Komposit HA-MgO

Bahan yang digunakan dalam pembuatan komposit HA/MgO yaitu (*Warastuti et al.*, 2015).

- a. 3 gr serbuk HA (Merck)
- b. 2 gr serbuk MgO (Merck)
- c. 3 gr Polivinil alkohol (PVA)
- d. 100 ml aquades

Alat yang digunakan dalam pembuatan komposit HA-MgO yaitu :

- a. Gelas kimia
- b. Petridisk ukuran 6 cm
- c. Alumunium foil
- d. Spatula
- e. Termometer air raksa
- f. Freezer
- g. Freeze drying
- h. Neraca digital



i. Statip dan *magnetic stirrer*

4.6.3 Analisis SEM

Untuk mengetahui permukaan membran komposit

menggunakan alat scanning elektron microscopy (SEM)

Merk FEI, type Inspect-S50.

4.7 Prosedur Penelitian

4.7.1 Pembuatan Membran Komposit nHA-MgO

Pembuatan membran komposit pada penelitian

ini menggunakan teknik *freeze drying* (Warastuti *et al.*, 2015).

1. Melarutkan 3 gr polivinil alkohol (PVA) dalam 100 ml aquades menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu 80°C hingga larut seluruhnya dan homogen.
2. Kemudian larutan didiamkan hingga dingin dengan keadaan *magnetic stirrer* tetap memutar.
3. Mencampurkan sedikit demi sedikit 3 gr serbuk nHA ke dalam larutan PVA hingga larutan homogen.
4. Setelah itu mencampurkan sedikit demi sedikit 2 gr serbuk MgO kedalam larutan PVA dan nHA hingga larutan homogen.
5. Lalu larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam pada suhu 40°C
6. Setelah itu larutan didiamkan hingga dingin. Tuangkan larutan tersebut ke dalam cetakan petridisk dengan ketinggian larutan yang dituangkan 0,1 cm.

7. Bekukan cetakan pada freezer dengan suhu -40°C . setelah beku cetakan dimasukkan ke dalam alat freeze drying selama semalam.
8. Kemudian membran yang sudah jadi dipotong dengan ukuran $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ unruk dikarakterisasikan dengan SEM.

4.7.2 Pembuatan Membran Komposit HA/Mgo

Pembuatan membran komposit pada penelitian ini menggunakan teknik *freeze drying* (Warastuti et al., 2015).

1. Melarutkan 3 gr polivinil alkohol (PVA) dalam 100 ml aquades menggunakan *magnetic stirrer* dengan suhu 80°C hingga larut seluruhnya dan homogen.
2. Kemudian larutan didiamkan hingga dingin dengan keadaan *magnetic stirrer* tetap memutar.
3. Mencampurkan sedikit demi sedikit 3 gr serbuk HA ke dalam larutan PVA hingga larutan homogen.
4. Setelah itu mencampurkan sedikit demi sedikit 2 gr serbuk MgO kedalam larutan PVA dan HA hingga larutan homogen.
5. Lalu larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam pada suhu 40°C .
6. Setelah itu larutan didiamkan hingga dingin. Tuangkan larutan tersebut ke dalam cetakan petridisk dengan ketinggian larutan yang dituangkan 0,1 cm.



7. Bekukan cetakan pada freezer dengan suhu -40°C . setelah beku cetakan dimasukkan ke dalam alat freeze drying selama semalam.

8. Kemudian membran yang sudah jadi dipotong dengan ukuran 1 cm x 1 cm untuk dikarakterisasikan dengan SEM.

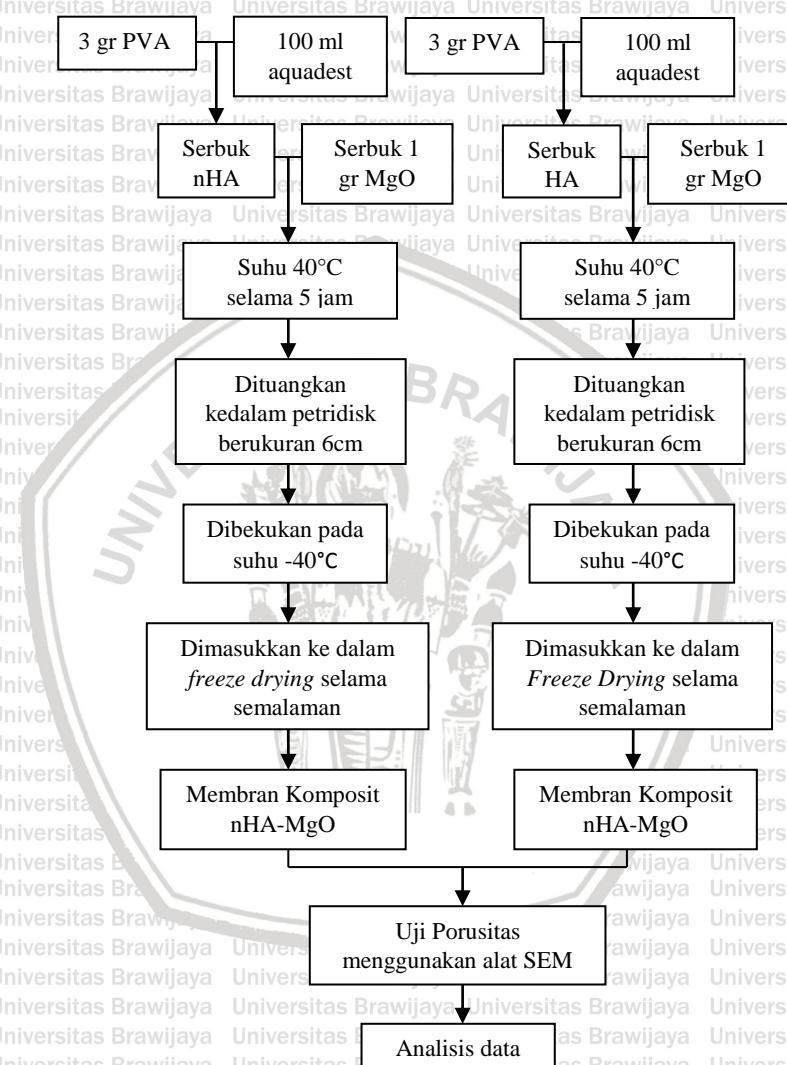
4.7.3 Analisis SEM

- a. Sebanyak 1 lembar sampel membran komposit HA/MgO berukuran 1 cm x 1 cm x 0,1 cm letakkan pada wadah sampel.
- b. Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan alat *Scanning Elektron Microscopy (SEM)*.
- c. Hasil yang tampak muncul pada monitor SEM kemudian dilakukan interpretasi hasil.
- d. Mengulangi tahap 1 – 3 untuk karakterisasi sampel membran komposit nHA/MgO (Prabaningtyas, 2015)

4.8 Analisis Data

Analisis Deskriptif bertujuan untuk memberikan gambaran umum tentang data atau gambaran yang diperoleh kemudian digunakan untuk menjelaskan karakteristik yang dimiliki sampel pada penelitian ini.

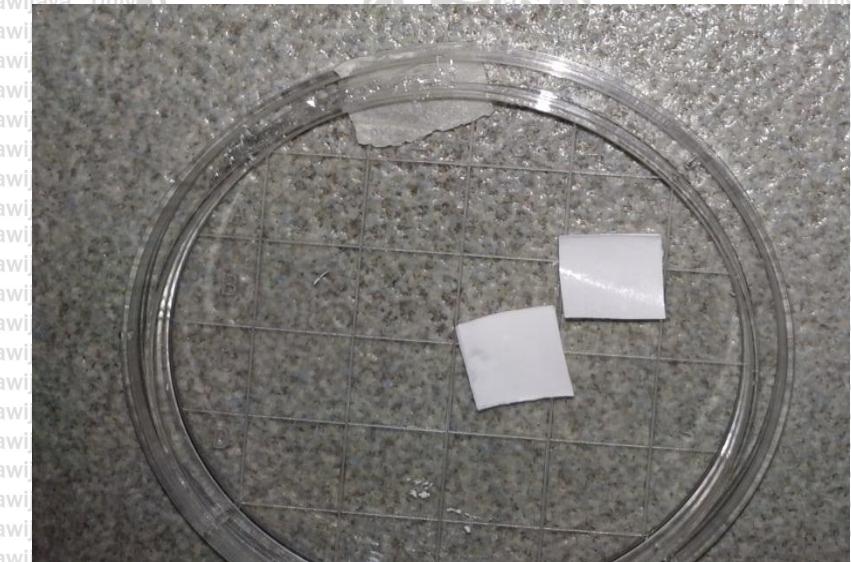
4.9 Alur Penelitian



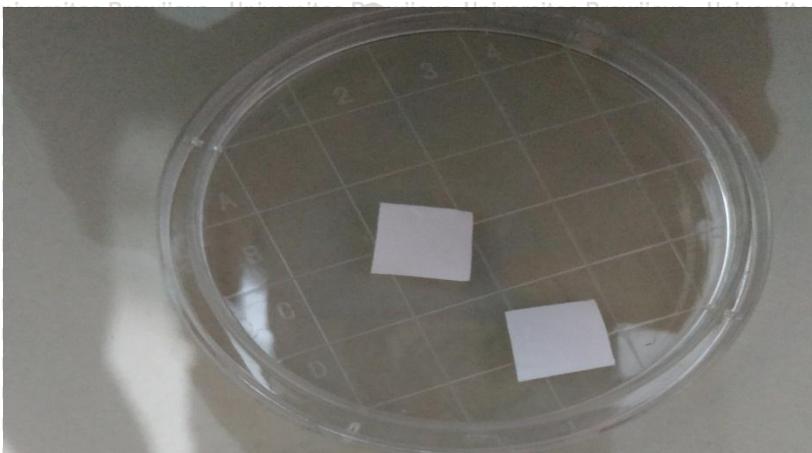
Gambar 5: Alur penelitian

BAB 5**HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN****5.1 HASIL PENELITIAN**

Pada penelitian ini terdapat 2 sampel membran komposit yang dilakukan karakterisasi. Sampel pertama adalah membran komposit Hidroksiapatit – Magnesium Oksida (HA-MgO) dan sampel kedua membran komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida (nHA-MgO). Sediaan membran NanoHidroksiapatit dihasilkan dari serbuk Hidroksiapatit yang disintesis menggunakan metode elektrokimia untuk mendapatkan sediaan yang berukuran nano.

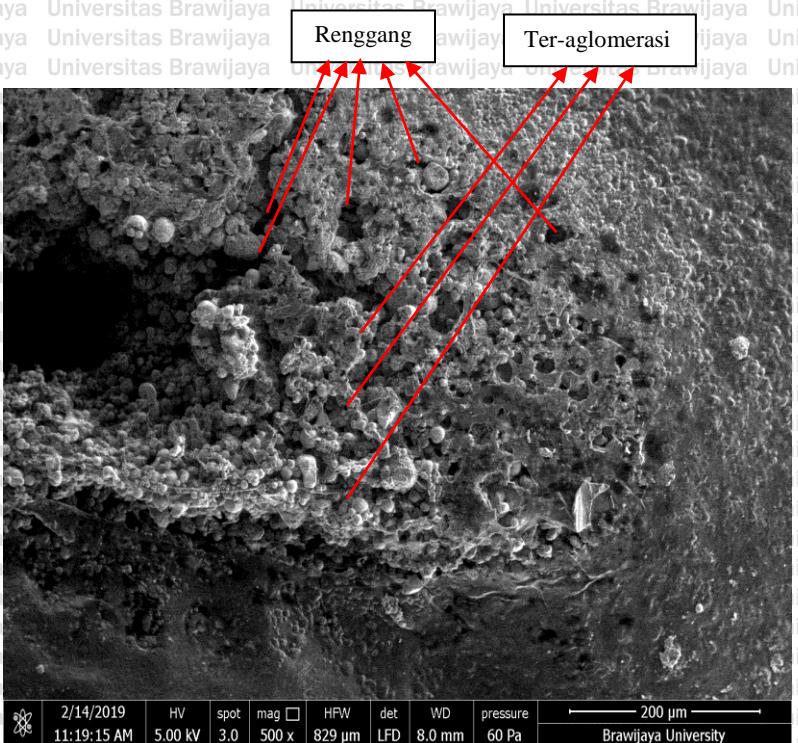


Gambar 6: Membran Komposit HA-MgO



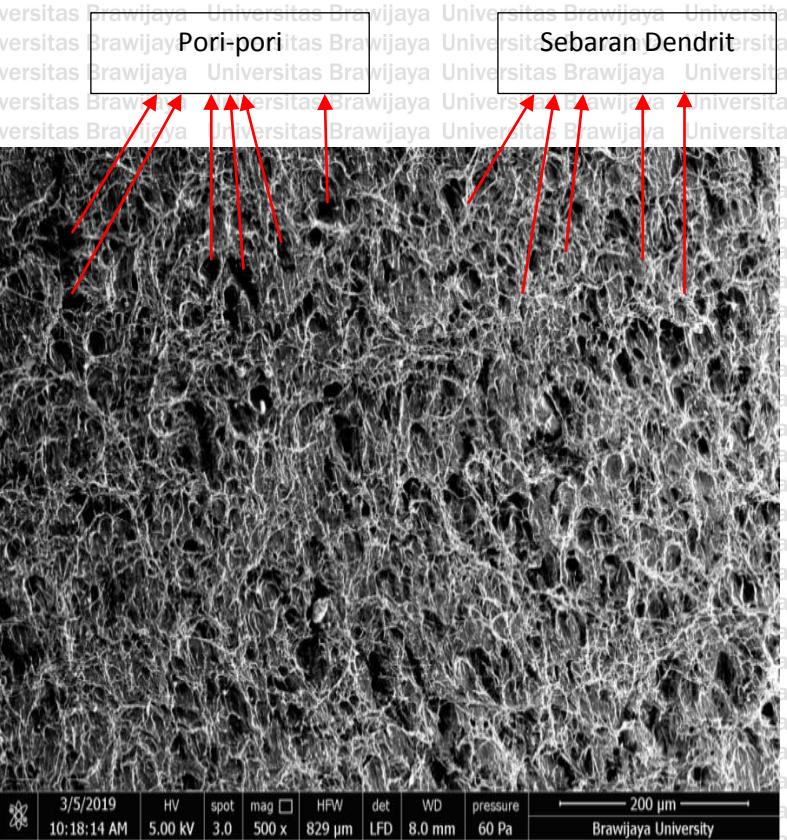
Gambar 7: Membran Komposit nHA-MgO

Gambar 7 menunjukkan membran komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida (nHA-MgO). Membran nHA-MgO dihasilkan dari serbuk NanoHidroksiapatit dicampur dengan serbuk Magnesium Oksida yang menggunakan metode *freeze drying*. Dengan ukuran $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ atau $0,1\text{cm}$. Sampel dikarakterisasikan atau observasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Untuk mengetahui permukaan dan pori membran komposit Hidroksiapatit – Magnesium Oksida (HA-MgO) dan membran komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida (nHA-MgO).



Gambar 8 Hasil SEM Membran Komposit HA-MgO Dengan Pembesaran 500x

Gambar 8 menunjukkan gambaran mikroskopis membran komposit Hidroksiapatit – Magnesium Oksida (HA-MgO). Berdasarkan gambar tersebut, tampak bentuk morfologi dari sampel adalah butiran-butiran partikel yang agak renggang dan teraglomerasi. butiran-butiran pada sampel terdistribusi secara merata dan antara butiran yang satu dengan yang lain bersentuhan sehingga menghasilkan bentuk yang homogen dan tidak memiliki pori.



Gambar 9 Hasik SEM Membran Komposit nHA-MgO Dengan Pembesaran 500x

Gambar 9 menunjukkan gambaran mikroskopis membran komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida (nHA-MgO). Berdasarkan gambaran tersebut, tampak morfologi permukaan membran terlihat sebaran dendrit yang homogen. Struktur berpori yang berpola pada membran dan struktur pori terlihat seperti rongga-rongga kosong yang tersebar merata pada permukaan membran, membran ini memiliki permukaan pori yang sangat rapat sehingga pori tidak bisa diukur.

5.2 PEMBAHASAN

Membran Komposit yang dihasilkan dengan menggunakan konsentrasi 3 gr Polivinil Alkohol, 3 gr serbuk Hidroksiapatit, 2 gr serbuk Magnesium Oksida dengan metode *Freeze Drying* menghasilkan membran yang cukup baik, lentur pada kondisi kering dan homogen. Hal ini sesuai dengan penelitian Warastuti *et al.*, (2015) yang melakukan sintesis dan karakterisasi membran komposit hidroksiapatit tulang sapi-khitosan-poli(vinil alkohol) menyatakan bahwa membran dengan konsentrasi 3 gr Polivinil Alkohol, 3 gr serbuk Hidroksiapatit dan 3 gr serbuk Magnesium Oksida menghasilkan tampilan fisik membran yang lentur dan homogen dalam keadaan kering. Konsentrasi dan metode pengeringan mempengaruhi bentuk membran.

Hasil dari karakterisasi permukaan membran komposit Hidroksiapatit-Magnesium Oksida (HA-MgO) dan membran komposit NanoHidroksiapatit-Magnesium Oksida nHA-MgO dengan menggunakan SEM menunjukkan ada perbedaan pada permukaan membran. Terlihat dari hasil SEM pada permukaan membran komposit HA-MgO terdapat butiran-butiran partikel yang teraglomerasi secara merata, homogen dan tidak memiliki pori. Sedangkan hasil karakterisasi permukaan membran komposit nHA-MgO terlihat struktur pori yang berpola seperti rongga kosong yang tersebar merata pada permukaan membran.

Menurut penelitian Saraswati *et al.*, (2016) yang melakukan penelitian Pengaruh variasi suhu pembekuan terhadap sifat fisis dan sifat mekanik komposit kolagen-hidrosiapatit sebagai bone graft dengan metode *freeze drying*, yang menyatakan bahwa permukaan membran yang tidak terdapat pori dan butiran partikel yang teraglomerasi karena membran mengalami perubahan struktur pada saat pengeringan dan Hidroksiapatit juga memiliki sifat ter-aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan HA belum tergabung dengan partikel MgO seluruhnya pada saat pengeringan. Sedangkan Partikel nHA bisa terdistribusi lebih merata kedalam partikel MgO sehingga membentuk sebaran dendrit dan pori yang homogen dipermukaan membran nHA-MgO.

Menurut penelitian Poinern *et al.*, (2013) menyatakan bahwa membran yang berpori sangat baik dalam proses osteogenesis tulang dibandingkan dengan membran yang tidak berpori. Membran nHA-MgO yang berpori berfungsi menyediakan ruang untuk memfasilitasi oksigen dan nutrisi sel untuk meningkatkan adhesive sel dan meningkatkan sifat mekanik membran sebagai *barrier*. Pori-pori membran digunakan sebagai media pertumbuhan tulang baru. Membran nHA-MgO ini mempunyai permukaan dan kerapatan pori yang bisa regenerasi tulang dan membran ini memiliki potensi sebagai membran barrier atau *scaffold*. Penelitian ini hanya bisa memberikan informasi tentang gambaran permukaan membran komposit HA-MgO dan membran komposit nHA-MgO.

Keterbatasan study ini tidak melakukan penelitian toksisitas pada membran, tidak melakukan penelitian pada hewan coba dan tidak melakukan penelitian pada sel.

Dari hasil Penelitian ini dapat disimpulkan bahwa hipotesis penelitian dapat diterima karena terdapat perbedaan antara membran komposit Hidroksiapatit - Magnesium Oksida (HA-MgO) yang tidak berpori dan membran komposit NanoHidroksiapatit – Magnesium Oksida (nHA-MgO) yang berpori.



BAB 6

PENUTUP

6.1 KESIMPULAN

Permukaan membran komposit HA-MgO berbeda dengan membran komposit nHA-MgO. Pada permukaan membran komposit HA-MgO terlihat banyak butiran-butiran partikel teraglomerasi secara merata dan tidak ada pori-pori. Sedangkan membran komposit nHA-MgO terlihat struktur permukaannya berbentuk dendrit yang berpola menyebar secara homogen.

6.2 SARAN

Saran dari peneliti yang sudah dilakukan ini agar dapat lebih dikembangkan lagi penelitian ini secara lebih menyeluruh di masa yang akan datang.

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui membran toksik atau tidak bagi tubuh dengan metode MTT essay
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut pada hewan coba dengan metode *in vivo*.
3. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut sel atau jaringan dengan menggunakan *in vitro*

DAFTAR PUSTAKA

Anggraeni DN. 2016. Analisa Scanning Electron Microscopy (SEM) dalam memantau proses Oksidasi Magnetite menjadi Hematite.

Jurnal Teknologi Industri Institut Teknologi Nasional. 4(1):11-15.

Alpionita P, Astuti. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Magnesium Oksida (MgO) dengan Variasi Massa PEG-6000. *Jurnal Fisika Unand.* 4(2): 167-172.

Ardhiyanto HB. 2011. Peran Hidroksiapatit sebagai Bone Graft dalam Proses Penyembuhan Tulang. *Jurnal Kedokteran Gigi Universitas Jember.* 8(2): 118-121.

Corno M, Busco C, Civalleri B, Ugliengo P. 2006. Periodic AB Initio Study of Structural and Vibrational Features of Hexagonal Hydroxyapatite $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$. *Physical Chemistry Chemical Physics Journal.* 8(21): 264-272.

Cherlina ID, Gea S, Nainggolan H. 2017. Pembuatan Nanokomposit Polivinil Alkohol/Nanoserat Selulosa yang diisolasi dari Tandan kosong Kelapa Sawit (*Elaeis Guineensis* jack) dengan metode Ledak Uap. *Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sumatra Utara.* 14(2): 120-126.

Choonthar MM, Raghottman A, Prasad S, Pandya K. 2016. Head injury – A maxillofacial surgeon's perspective. *J Clin Diagn Res.* 10(1): 1-3.

Darwisi D, Warastuti Y. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Komposit Hidroksiapatit (HA) sebagai Graft Tulang Sintetik. *Jurnal Ilmiah Aplikasi Isotop dan Radiasi.* 4(2): 143-153.

Fanani A, Nugroho AW, Hendrawan Y. 2014. Analisa Pengaruh Variasi Penambahan Massa Nilon pada Preparasi Membran Nilon



terhadap Karakteristik Fisik Menbran. *Fakultas Pertanian Universitas Bawijaya*. 2(3): 218-224.

Gautam RC, Kumar S, Biradar S, Jose S, Mishra KV. 2016. Synthesis and Enhanced Mechanical Properties of MgO Substituted Hydroxyapatite a Bone Substitute Material. *RSC Advances*. 6(72): 10-15.

Haney. 2015. Guided Tissue Regeneration for the Treatment of Intraosseous Defects using a Biabsorbable Membrane. *Journal of Clinical Periodontology*. 1(1): 1-11.

Hickey J, Daniel, Ercan B, Sun L, Webster. 2015. Adding MgO nanoparticles to hydroxyapatite-PLLA nanocomposites for improved bone tissue engineering application. *Amerika Elsevier*. 14:175-184.

Hughes LC, Hawes C, Monteith S, Vaughan S. 2014. Serial block face Scanning Electron Microscopy the future of Cell Ultrastructure imaging. *Journal of Medicine National Institutes of Health*. 251(2): 395-401.

Kumbar SG, R James, SP Nukavarapu, CT Laurencin. 2008. Electrospun Nanofiber Scaffolds: Engineering soft tissues. *Journal of Mediciene National Institutes of Helath*. 3(3): 1-15.

Khurshid Z, Zafar M, Qasim S, Shahab S, Naseem M, Abu Reqaiba A. 2015. *Advances in nanotechnology for Restorative Dentistry*. Journal Materials. 8(4): 717-731.

Kwong FNK, Harris MB., 2008. *Recent developments in the biology of fracture repair*. *Journal Of Mediciene National Institutes of Health*. 16(6): 19-25.

Martasari LD, Nurwijayanti D, Setyawan H. 2012. Sintesis Hydroksiapatite berukuran Nano dengan Metode Elektrokimia sebagai Bioimplan tulang dan gigi. *Jurnal Teknik POMITS*. 1(1): 1-3.



- Maulina Wenny. 2016. Kajian Membran Komposit Nilon-Arang melalui Karakterisasi Fitir dan Sem. *FMIPA Jember*. 2(1): 56-60.
- Nur A, Jumari Ar, Setyawan H. 2012. Sintesis dan Karakterisasi *Monetite* Ukuran Nano secara Elektrokimia. *Jurnal Jurusan Teknik Kimia Universitas Sebelas Maret Surakarta*. 1: 226-232.
- Pamela YV, Syarief R, Iriani SE, Suyatma EN. 2016. Karakterisasi Mekanik, Thermal dan Morfologi Film Polivinil Alkohol dengan Penambahan Nanopartikel ZNO Dan Asam Stearat untuk Kemasan Multilayer. *Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor*. 13(2): 63-73.
- Pepla E, Besharat LK, Palaia G, Tenore G, Migliau G. 2014. Nano-hydroxyapatite and its application in preventive and regenerative dentistry. *Journal of Medicine National Institutes of Health*. 5(3): 108-114.
- Poinern G, Brundavanam R, Fawcett D. 2013. Nanometre scale hydroxyapatite ceramic for bone tissue engineering. *American Journal of Biomaterial engineering*. 3(6): 148-168.
- Prabaningtyas RAJMS. 2015. Karakteristik Hidroksiapatit dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) sebagai Bone Graft Sintetis Menggunakan X - RAY Diffractometer (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR). *Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember*. 2: 22-26.
- Qian X, Hongyan L, Jingchao Z, Guoyu L, Zhennan D, Anchun M. 2010. Tissue Engineering Scaffold Material of Porous Nanohydroxyapatite/polyamide 66. *International Journal of Nanomedicine*. 5: 331-335.
- Retno T, Abdul. 2014. Diet of Beef Accelerate Callus Phase of the Femoral Fracture. *Journal of Ners Community*. 3(5): 1-84.
- Saraswati MD, Siswanto, Rudyardjo DI. 2016. Pengaruh Variasi Suhu Pembekuan Terhadap Sifat Fisis dan Sifat Mekanik Komposit Kolagen Hidroksiapatit Sebagai Bone Graft dengan Metode Freeze Drying. *Jurnal Fisika dan Terapannya* 4(2): 62-74.



- Sadr M, Kimiaeem MM, 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.
- Sardjito. 2012. Scaffold dari Bovine Hydroxyapatite dengan Poly Vynialchohol Coating. *Jurnal TeknoSains*. 1(2): 71-143.
- Subramani, Kathikeyan, Ahmed, Waqar. 2012. *Emerging Nanotechnologies in Dentistry : Materials, Processes and Applicatios (Micro dan Nano Technologies Series)*. Myman Steert, Waltham, USA : Elsevier. 1: 421-430.
- Shakir M, Jolly R, Khan AA, Ahmed SS, Alam S, Ruf AM, Owais M, Farooqi AM. 2018. Resol based Chitosan/Nano-Hydroxyapatite Nanoensemble for Effective bone tissue engineering. *Department of Chemistry, Aligarh Muslim University*. 1(179): 317-327.
- Suryadi. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. *Tesis. Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia*. 6: 7-18.
- Sharma G, Soni R, Jasuja DN. 2017. Phytoassisted Synthesis of Magnesium Oxide Nanoparticles with Swertia chirayaita. *Journal of Taibah University for Science* 11: 471-477.
- Stipniece L, Ancane SK, Jakovlevs D, Borodajenko N, Cimdina BL. 2013. The Study of Magnesium Substitution Effect on Physicochemical Properties od Hydroxyapatite. *Riga Technical University*. 28: 51-57
- Warastuti Y, Budianto E, Dermawan. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Hidroksiapatit Tulang Sapi-Khitosan-Polivinil Alkohol untuk Aplikasi Biomaterial. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 16(2): 1-15.



Lampiran 1. Dokumentasi Penelitian dan Pengamatan

Pembuatan membran komposit HA-MgO	
1. 	2. 
Penimbangan PVA 1,5 gr	Menuangkan aquades 50ml
3. 	4. 
Menuangkan PVA menggunakan magnetic stirrer	Melarutkan PVA
5. 	6. 



Penimbangan MgO 1 gr	Penimbangan HA 1,5 gr
7. 	8.
Mencampurkan MgO dan HA	Melakukan pemasangan termometer larutan di panaskan pada suhu 40°C selama 2,5 jam
9. 	10.
Larutan didiamkan hingga dingin	Menuangkan larutan ke cetakan

**11.**

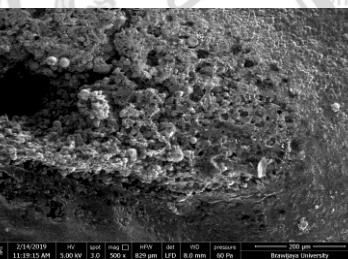
Sampel dimasukkan ke dalam box yang terisi dry ice untuk di freeze drying

12.

Sampel dimasukkan ke alat freeze drying

13.

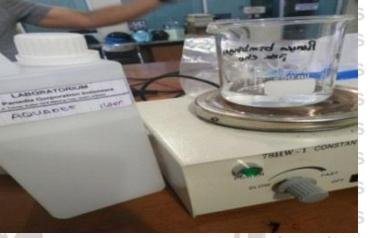
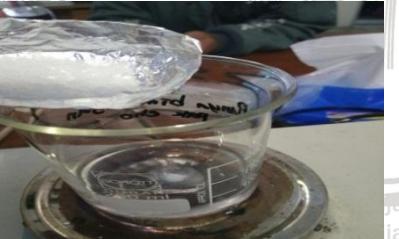
Sampel yang telah di freeze drying lalu dipotong dengan ukuran 1cm x 1cm

2.

Hasil SEM membran Komposit HA-MgO



Pembuatan membran komposit nHA-MgO

1. 	2. 
Penimbangan PVA 1,5 gr	Menuangkan aquades 50ml
3. 	4. 
Menuangkan PVA menggunakan magnetic stirrer	Melarutkan PVA

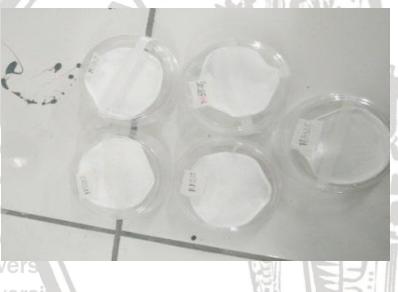
5.	Penimbangan MgO 0,5 gr	6.	Penimbangan nHA 0,75 gr
7.	Mencampurkan MgO dan nHA	8.	Melakukan pemasangan termometer larutan di panaskan pada suhu 40°C selama 1,5 jam
9.	Larutan didiamkan hingga dingin	10.	Menuangkan larutan ke cetakan

11.

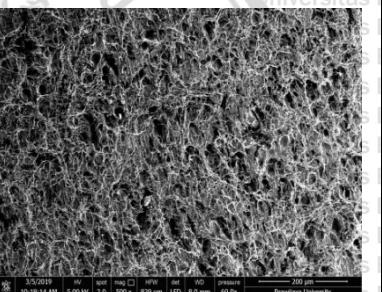
Sampel dimasukkan ke dalam box yang terisi dry ice untuk di freeze drying

12.

Sampel dimasukkan ke alat freeze drying

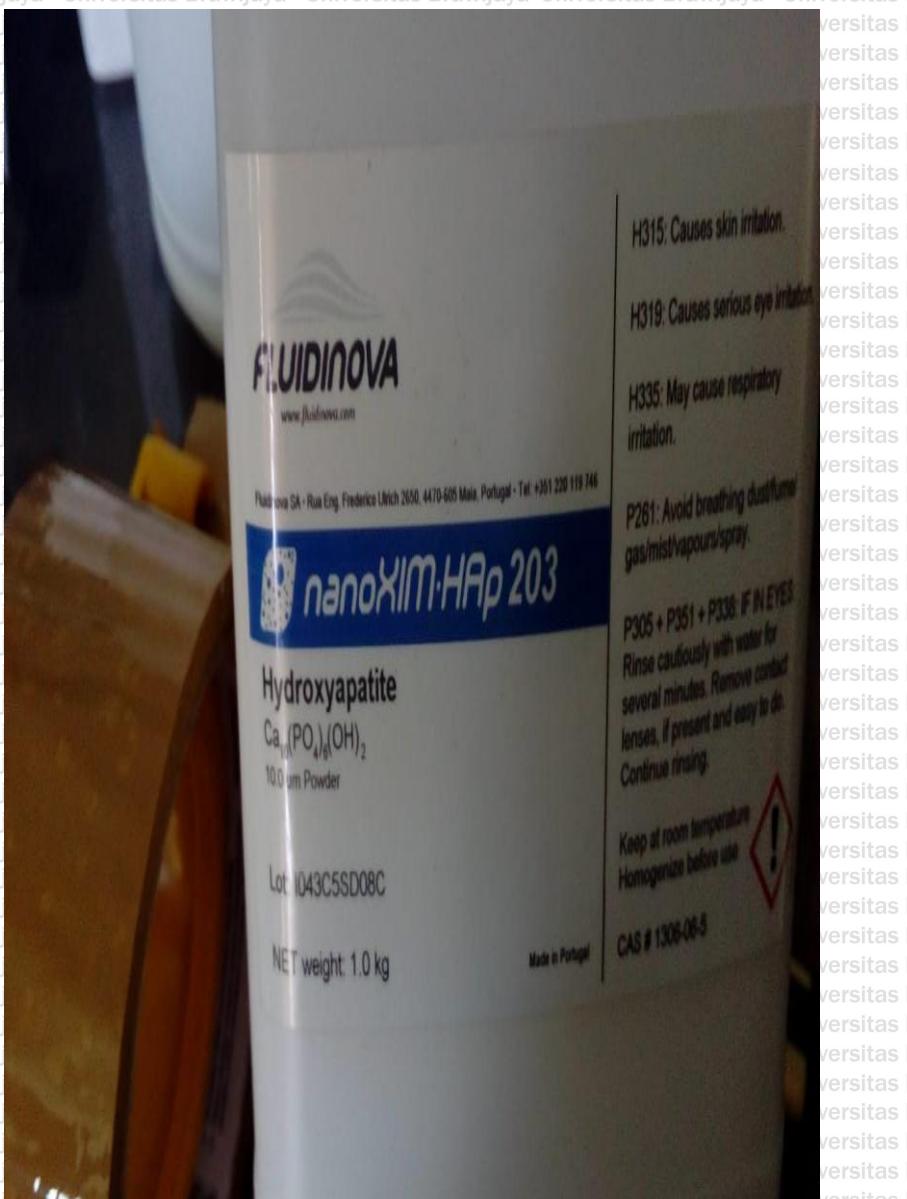
13.

Sampel yang telah di freeze drying lalu dipotong dengan ukuran 1cm x 1cm

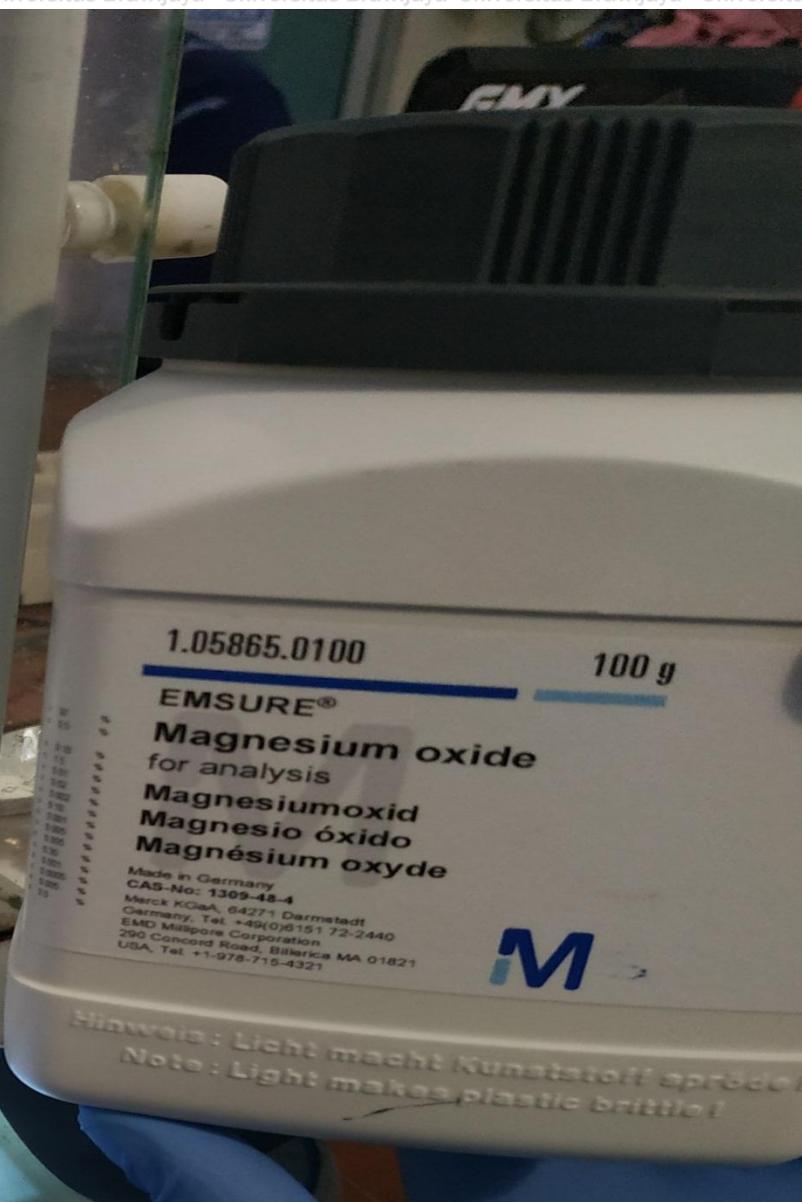
2.

Hasil SEM membran Komposit nHA-MgO

Lampiran 2. Gambar detail Merk Hidroksiapatit



Lampiran 3. Gambar Detail Merk Magnesium Oksida



Lampiran 4. Gambar Detail Merk Polivinil Alkohol