

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Glass Ionomer (GIC) disebut juga sebagai asam poliakrilat aluminosilikat atau semen polialkenoat merupakan *water-based*, kombinasi dari silikat kaca dan asam ionomer. Serbuk terdiri dari partikel kaca bersama dengan fluor dan silika, yang memformulasikan fluoroaluminosilikat. Komponen cair memiliki asam poliakrilat bersama asam itakonat, asam maleat, dan asam tartarat. Jumlah jaringan gigi yang tersisa rendah mewakili jumlah yang besar tantangan restoratif bagi praktisi untuk memastikan umur panjang terbaik dari restorasi gigi. Strategi restoratif klasik, didukung oleh banyak studi klinis, terdiri dari Core build-up, dengan atau tanpa pasak saluran akar, diikuti dengan penempatan mahkota penuh.¹

Core build-up adalah restorasi yang terdiri dari sebuah pasak yang ditempatkan pada gigi yang rusak parah untuk mengembalikan sebagian besar bagian koronal/ mahkota gigi atau abutment untuk memfasilitasi restorasi selanjutnya melalui restorasi indirect ekstra-koronal. Berbagai jenis sistem bonding telah digunakan dengan semen luting dan bahan core build-up yang berbeda. Untuk memberikan retensi pasak dan meningkatkan ketahanan keseluruhan akar terhadap fraktur, bahan core build-up resin komposit sekarang banyak digunakan dengan sistem adhesive.² Beberapa upaya telah dilakukan untuk memperbaiki sifat mekanis GIC, seperti memodifikasi penggabungan GIC dengan menambahkan filler berupa stainless-steel, glass fiber dan hidroksiapatit.³

Hidroksiapatit (HA) memiliki formula kimia $10\text{Ca}(\text{OH})_2(\text{PO}_4)_6$ saat ini dikembangkan pada pembentukan gigi dan tulang. Objek pengembangan Hidroksiapatit berasal dari berbagai sintesis bahan dan limbah yang mudah didapatkan dari alam. Bahan alam atau limbah yang banyak dipakai salah satunya adalah bahan yang mengandung kalsium karbonat (CaCO_3) yang melimpah.⁴ Cangkang kepiting memiliki kandungan kalsium karbonat sebesar 40% - 70%. Kandungan yang ada pada cangkang kepiting seperti Kalsium Karbonat 53,70%-78,40%, Khitin 18,70% - 32,20% dan Protein 15,60% - 23,90% (hal ini tergantung jenis kepiting dan tempat hidupnya. Dikarenakan memiliki kalsium yang banyak, sehingga kepiting menjadi salah satu menu makanan yang paling banyak dikonsumsi. Hal ini menyebabkan banyak limbah cangkang kepiting dari seafood dll, yang tidak dapat diolah dan dapat merusak lingkungan. Dari hal inilah perlu adanya penanganan terhadap limbah dari cangkang kepiting.⁵

Wilayah pesisir Indonesia memiliki berbagai macam tipologi habitat serta keanekaragaman biota yang tinggi. Salah satu bentuk ekosistem pesisir Indonesia adalah ekosistem hutan mangrove. Kekayaan alam dalam ekosistem hutan mangrove yang sering dimanfaatkan oleh masyarakat untuk dikonsumsi adalah kepiting bakau (*Scylla serrata*). Kepiting yang dikonsumsi dagingnya saja sekitar 20% dari beratnya, sehingga 80% berupa limbah cangkang kepiting. Limbah cangkang kepiting tidak dimanfaatkan dengan baik dan umumnya dibuang saja ke lingkungan. Kepiting bakau (*Scylla serrata*) merupakan salah satu komoditas perikanan Indonesia yang bernilai ekonomis penting. Walaupun daging kepiting mengandung beberapa nutrisi yang penting bagi tubuh, ada satu tantangan dalam mengonsumsi kepiting, yaitu cangkangnya yang keras

Berdasarkan data USDA Nutrient Database for Standard Reference (1998) daging kepiting merupakan salah satu sumber protein, lemak, vitamin, dan mineral, seperti kalsium, seng, dan besi.¹³ Limbah cangkang kepiting mengandung senyawa kalsium (CaCO_3) yang cukup tinggi, yaitu sekitar 53-78% dari berat cangkang keringnya, kandungan kitin 18,70% - 32,20% dan Protein 15,60% - 23,90%.¹⁴ Selain itu Mohapatra et al. (2009) juga melaporkan bahwa kepiting *Scylla serrata* mengandung kalsium 11,5 mg/100 g.⁽¹³⁾ Tingginya kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) berpotensi sebagai prekursor kalsium dalam sintesis

hidroksiapatit. Selain itu, cangkang kepiting juga mengandung kitin yang dapat disintesis menjadi kitosan

Kitosan dapat meningkatkan sifat mekanik GIC karena kitosan memiliki muatan parsial positif kuat yang mampu berikatan dengan gugus hidroksil dan gugus karboksilat pada GIC. Reaksi ini menurunkan tegangan permukaan, namun meningkatkan perlekatan antar komponen GIC sehingga terjadi peningkatan sifat mekanik yang dapat mempengaruhi ketahanan GIC terhadap erosi.

Kitosan merupakan bahan kimia multiguna berbentuk serat. Diketahui bahwa kepiting memiliki kandungan kitin yang sangat potensial, dan melalui proses deasetilasi maka kitin pada cangkang dapat diubah menjadi kitosan. Kitosan dapat diperoleh melalui proses deasetilasi alkalin kitin yang terkandung pada cangkang kepiting bakau. Kitosan adalah senyawa turunan kitin yang sangat bermanfaat dalam bidang teknologi pangan, industri farmasi, industri kosmetik, pengolahan limbah dan bidang pertanian⁴

Penambahan hidroksiapatit dan kitosan dapat meningkatkan sifat mekanis dari GIC. Penambahan hidroksiapatit dapat meningkatkan kuat tekan dan kepadatan GIC. Kandungan ion kalsium dalam hidroksiapatit akan terlibat pada reaksi asam-basa dengan cairan GIC sehingga terbentuk lebih banyak jembatan garam dan ikatan silang (cross-linking).¹⁷ Menurut Lobobun (2023), penambahan kitosan dapat merangsang pembentukan dentin reparatif dan meningkatkan kinerja mekanik serta pelepasan ion fluorida. Peningkatan pelepasan fluor memberikan efek antibakteri yang baik pada GIC.

Selain menambah hidroksiapatit dan kitosan, Salah satu upaya dalam meningkatkan sifat mekanis dari GIC yaitu dengan mengganti kandungan silika pada bubuk GIC menggunakan nanosilika alami. Silika merupakan konsentrasi terbanyak dalam bubuk GIC yaitu sebanyak 35,241,9%. Penggabungan nanosilika pada bubuk GIC menyebabkan distribusi partikel yang lebih dalam karena dapat menempati ruang kosong diantara partikel GIC sehingga nilai mekanisnya lebih tinggi.

Silika mineral adalah senyawa yang banyak ditemui dalam bahan tambang/galian yang berupa mineral seperti pasir kuarsa, granit, dan feldspar yang mengandung kristal-kristal silika (SiO_2). Di alam senyawa silika ditemukan pada bahan alam dan tumbuhan, seperti pasir, kuarsa, gelas, sekam padi, tungkul jagung dan bambu. Silika sebagai senyawa di alam berstruktur kristalin, sedangkan silika sebagai senyawa sintesis adalah amorf (tambahan). Silika juga banyak terkandung pada dinding sel diatom, salah satu kelas dari fitoplankton yang banyak ditemukan di Indonesia.

Salah satu nanopartikel yang memiliki keunggulan potensi yang dapat dimanfaatkan, yakni nano partikel yang berbasis silika atau disebut dengan nano silika. Nanosilika dalam berbagai bidang telah dikembangkan karena keunggulannya dalam meningkatkan sifat mekanik, termasuk dalam bidang kedokteran gigi. Nanosilika memiliki sifat toksik rendah, area permukaan tinggi, sifat fisik dan kimia stabil.

Penggabungan silika pada bubuk GIC sehingga distribusi partikel yang lebih dalam karena menempati ruang kosong diantara partikel GIC sehingga nilai mekanisnya lebih tinggi pada Glass Ionomer (GIC) Sebagai Bahan Restorasi Gigi. Silika memiliki sifat kekerasan yang tinggi.

secara alami terkandung dalam sponge, pasir laut, diatom.

Diatom adalah salah satu organisme biota laut yang mempunyai peranan penting. Diatom merupakan produsen primer yang cukup melimpah dan diperlukan sebagai pakan alami yang banyak ditemukan di perairan tawar maupun perairan laut. Diatom merupakan *cosmopolitan spesies* yang terdistribusi secara luas di seluruh lingkungan akuatik bahkan pada lingkungan darat yang terendam secara berkala seperti permukaan batuan, beberapa jenis tumbuhan dan binatang. Ciri khas diatom ditunjukkan dengan adanya pahatan tertentu pada dinding selnya yang terdiri dari silika, memiliki ketahanan yang tinggi terhadap lingkungan.⁸

Diatom merupakan fitoplankton yang memiliki kemampuan reproduksi dan bertahan hidup yang tinggi di perairan hal tersebut membuat kelimpahan diatom cukup tinggi. Seperti yang terdapat pada perairan Tompotana Takalar kelimpahan tertinggi didominasi oleh diatom yaitu sebesar 85%. Oleh karena itu, silika pada diatom dapat dimanfaatkan sebagai bahan dalam

pembuatan GIC karena memiliki sifat-sifat seperti luas permukaan spesifik yang besar, proporsi kecil, ketahanan baik terhadap asam, serta daya serap yang kuat karena dipengaruhi oleh adanya gugus siloksan (Si-O-Si) dan gugus silanol (Si-OH).⁹

Sofya (2020) menunjukkan tidak terdapat perbedaan kekerasan antara GIC konvensional dan GIC dengan penambahan silika dari pasir laut karena GIC dengan penambahan silika cenderung memiliki porositas yang tinggi. menunjukkan nilai kekerasan yang paling tinggi pada penambahan 5% HA-silika. Sementara penambahan HA-silika dengan persentase yang lebih tinggi menunjukkan nilai kekerasan yang lebih rendah, namun masih lebih tinggi dari nilai kekerasan GIC tanpa penambahan HA-silika.

Kekerasan Glass Ionomer (GIC) yang digunakan dalam core build-up merupakan faktor penting dalam restorasi gigi karena memengaruhi ketahanan bahan terhadap tekanan kunyah, abrasi, dan keausan. Kekerasan yang optimal membantu menjaga struktur dan bentuk restorasi, memastikan bahan bertahan lama dan mampu menahan beban sehari-hari. Manfaat kekerasan GIC yang optimal meliputi ketahanan yang lebih baik terhadap fraktur, peningkatan umur pakai restorasi, dan dukungan yang lebih baik untuk restorasi tambahan seperti mahkota (crown).

Tegangan penyusutan polimerisasi bahan berbasis resin telah dikaitkan dengan beberapa konsekuensi klinis yang tidak diinginkan, seperti perambatan retak enamel, defleksi titik puncak, celah marginal dan internal, dan penurunan kekuatan ikatan. Meski tidak ada bukti kuat menghubungkan penyusutan polimerisasi dengan karies atau fraktur sekunder gigi posterior, stres penyusutan telah dikaitkan dengan sensitivitas pasca operasi dan noda marginal.⁵

Glass Ionomer mempunyai kekurangan, salah satunya diantaranya adalah mempunyai tingkat kekentalan yang tinggi sehingga dapat menyebabkan kebocoran mikro, penelitian George menunjukkan nilai rata-rata kebocoran mikro GIC setelahnya restorasi selama 1 hari adalah 3,00. Kebocoran mikro adalah celah yang memungkinkan lewatnya bakteri, cairan, bahan kimia secara klinis tidak terdeteksi zat antara gigi dan restorasinya.⁵

Proses maturasi GIC terjadi setelah 24 jam, namun peningkatan kekuatan ikatan dan modulus young's berlanjut selama beberapa bulan karena terjadi difusi kation menuju lokasi asam. Peningkatan nilai kekuatan ikatan GIC setelah satu bulan diperkirakan dapat menurunkan nilai kebocoran mikro.

Ikatan kimia yang lebih kuat antara GIC dan gigi dapat dicapai dengan mencampurkan GIC dengan bahan bioaktif yaitu silika untuk membentuk hidroksiapatit pada permukaan GIC yang diharapkan mampu mengurangi terbentuknya celah marginal. karakteristik fisik dan kimia nanosilika, seperti ukuran partikel, bentuk, dan distribusi partikel, dapat mempengaruhi sifat mekanik GIC yang ditingkatkan dengan penambahan nanosilika.⁶

Berdasarkan cangkang kepiting yang selama ini hanya sebagai limbah yang dibuang ke lingkungan dan diatom yang menjadi salah satu biota laut yang berlimpah dan bervariasi, dapat dimanfaatkan menjadi bahan bernilai guna. Oleh karena tingginya kandungan kalsium karbonat dan kitin yang terdapat pada cangkang kepiting bakau dan kandungan nanosilika alami dari diatom, serta sifat mekanis GIC yang masih perlu ditingkatkan lagi dengan penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting serta nanosilika alami dari diatom tersebut, maka peneliti tertarik untuk untuk meneliti komposisi Glass Ionomer dengan penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari serbuk cangkang kepiting bakau terhadap Kondisi Kekerasan, Penyusutan dan kebocoran mikro Bahan GIC Core Build Up .

1.2 Landasan Teori

1.2.1 Glass Ionomer (GIC)

1.2.1.1 Definisi

Glass ionomer (GIC) adalah perekat yang berwarna seperti gigi dan anti kariogenik. Awalnya digunakan untuk restorasi area yang terkikis, dan ionomer kaca saat ini telah dimodifikasi untuk memungkinkan aplikasi yang lebih luas. Semen ini berawal dari ketidakpuasan terhadap semen silikat. Sistem glass ionomer pertama yang dapat

digunakan diformulasikan pada tahun 1972 oleh Wilson dan Kent, dan sekarang digunakan secara luas.³

1.2.1.2 Klasifikasi

Berdasarkan kandungannya GIC bahan yang paling umum digunakan dalam praktik klinis kedokteran gigi. Berkat perkembangan teknologi saat ini kebutuhan untuk memperkuat sifat fisik dan mekanik semen ini telah muncul. Penelitian kini terus berlanjut, berbagai bahan berbasis glass ionomer diterima dan digunakan untuk penggunaan klinis telah diperkenalkan ke pasaran dengan memperkuat sifat yang ada dimana nantinya menciptakan kualitas sangat baik. Klasifikasi GIC menurut kandungannya adalah sebagai berikut :

- 1) Conventional GIC
- 2) RMGIC (Resin)
- 3) Compomer

GIC telah digunakan untuk restorasi estetik gigi anterior, misalnya, kavitas kelas III dan V, sebagai sealing semen, sebagai perekat untuk peralatan ortodontik dan restorasi medial, seperti pit dan crack sealant, mulsa dan screed, dan sebagai tunggul. GIC berdasarkan indikasi klinis klasifikasikan sebagai berikut:

Tipe I - Semen luting digunakan untuk sementasi mahkota dan jembatan Tipe II -

Semen restoratif yang digunakan untuk tambalan estetika

Tipe III – GIC digunakan sebagai liner and base

Tipe IV – GIC digunakan sebagai bahan pit dan fissure sealant Tipe V –

GIC digunakan untuk sementasi ortodontik

Tipe VI – GIC digunakan untuk core build-up pada gigi yang rusak parah

Tipe VII - GIC untuk Fluoride releasing dengan light-cured Tipe VIII -

GIC untuk perawatan restoratif atraumatik (ART) Tipe IX - GIC

digunakan untuk restorasi gigi decidui

1.2.1.3 Komposisi

GIC merupakan nama generik kelompok material yang berdasarkan reaksi antara silika glass powder dan polyacrylic acid. Material ini namanya berasal dari formulasi antara bubuk kaca dan ionomer dengan kandungan carboxylic acid. Pembentukan bubuk GIC ini berasal dari bahan-bahan mentah seperti silikon dioksida (SiO_2), alumina (Al_2O_3), aluminium florida (AlF_3), fluorit (CaF_2), natrium fluoride (NaF), dan aluminium fosfat (AlPO_4) yang digabung dengan cara dipanaskan mencapai 11000-15000°C untuk membuatnya menjadi kaca yang seragam. Bubuk GIC konvensional ditambahkan lanthanum, strontium, barium, atau seng oksida untuk menimbulkan sifat radiopak. Cairan GIC konvensional berisi asam poliakrilat dengan konsentrasi 50% namun cenderung menjadi gel seiring berjalannya waktu. Cairan asam pada GIC konvensional yang terbaru merupakan bentuk kopolimer dengan asam akrilik, itakonik, maleik, tartarik atau trikarbosilik untuk meningkatkan reaktivitas, mengurangi kekentalan, dan mengurangi kecenderungan untuk menjadi gel. Asam tartarik juga dapat memperpanjang waktu kerja dan memperpendek waktu setting, kekentalan asam tartarik tidak mengalami perubahan

seiring berjalannya waktu tetapi suatu waktu kekentalannya menunjukkan peningkatan yang besar¹⁰. Komposisi GIC terdiri dari liquid dan powder, dengan komposisi liquid GIC yaitu larutan asam poliakrilat 50% dan sangat kental serta cenderung gel. Sedangkan komposisi powdernya adalah kaca kalsium fluor oaluminosilikat yang larut dalam asam. Ini mirip dengan silikat, tetapi memiliki rasio alumina terhadap silika yang lebih tinggi sehingga meningkatkan reaktivitasnya dengan cairan.¹²

Adapun fungsi komponen GIC :

1. Alumina (Al_2O_3) : meningkatkan opasitas
2. Silika (SiO_2) : meningkatkan translusensi
3. Fluorida : antikariogenik, meningkatkan translusensi, working time dan kekuatan
4. Kalsium Fluorida (CaF_2) : meningkatkan opasitas
5. Aluminium fosfat : menurunkan melting time (waktu mencair) dan n meningkatkan translusensi
6. Kriolit (Na_3AlF_6) : meningkatkan translusensi
7. Ion Na, K, Ca, Sr

Komponen		%
Silika (SiO_2)	—	41.9
Alumina (Al_2O_3)	—	28.6
Aluminium fluorida (AlF_3)	—	1.6
Kalsium fluorida (CaF_2)	—	15.7
Natrium fluorida (NaF)	—	9.3
Aluminium fosfat ($AlPO_4$)	—	3.8

Tabel 1. 1 Komponen GIC

1.2.1.4 Sifat mekanis Glass Ionomer

Sifat mekanis **GIC Core Build Up** seperti kekerasan, penyusutan, dan kebocoran mikro sangat memengaruhi kinerja dan efisiensi transformator. Kekerasan tinggi mencegah deformasi, stabilitas dimensi menghindari penyusutan, dan kontrol kebocoran mikro menjaga distribusi fluks magnetik yang optimal. Dengan sifat ini, GIC Core memastikan transformator bekerja secara andal, efisien, dan tahan lama

1.2.1.5 GIC Tipe IV Core Build Up

GIC juga sangat cocok untuk pembentukan inti. Mereka digunakan untuk memperbaiki kerusakan struktur gigi sebelum preparasi mahkota dan menstabilkan bagian gigi yang melemah. Tujuan dari prosedur ini adalah untuk mencapai retensi mahkota yang paling andal. Idealnya, bahan pembentuk inti harus membentuk sambungan yang tahan lama dengan tunggul gigi dan menunjukkan sifat seperti dentin dalam hal kekerasan dan kemampuan penggilingan. Saat ini, amalgam, GIC, atau komposit biasanya digunakan sebagai bahan pembentuk inti. Namun, GIC telah menjadi bahan pembentuk inti yang disukai sejak lama karena adhesi kimianya pada struktur gigi.

1.3 Proporsi dan Pencampuran, Setting Time Gic Tipe VI

Reaksi pengerasan dimulai saat cairan asam polielektrolit berkontak dengan

permukaan kaca aluminosilikat yang kelak akan menghasilkan pelepasan sejumlah ion. GIC mengalami 3 fase reaksi pengerasan yang berbeda dan saling overlapping. Fase pertama adalah fase pelepasan ion yang diawali reaksi ionisasi radikal karboksil (COOH) yang terdapat dalam rantai asam (asam poliakrilat) menjadi ion COO⁻ (ion karboksilat) dan ion H⁺. Ion H⁺ bereaksi pertama kali pada permukaan partikel kaca menyebabkan terlepasnya ion-ion seperti Ca²⁺ dan Na⁺ ke dalam cairan. Kemudian ion H⁺ tersebut berpenetrasi kembali hingga mencapai struktur yang kurang terorganisasi menyebabkan terlepasnya ion Al³⁺. Saat fase ini, dilepaskan panas dengan suhu berkisar antara 30°C sampai 70°C. Semakin besar rasio bubuk dan cairan GIC maka panas yang dilepaskan akan semakin besar.⁶

Selama tahap awal tersebut terjadi, GIC berikatan dengan struktur gigi. Secara fisik GIC terlihat berkilau. Penempatan pada struktur gigi harus dilakukan pada fase ini karena matriks poliasam bebas yang dibutuhkan untuk perlekatan ke gigi tersedia dalam jumlah yang maksimum. Fase kedua dari reaksi pengerasan GIC adalah fase hidrogel. Fase hidrogel terjadi 5 sampai 10 menit setelah pencampuran dilakukan. Selama fase ini, ion-ion kalsium yang dilepas dari permukaan kaca akan bereaksi dengan rantai poliasam polianionik yang bermuatan negatif untuk membentuk ikatan silang ionik. Fase gel poligaram ini menyebabkan GIC terlihat lebih menyerupai gigi, disebabkan indeks refraksi gel silika yang mengelilingi filler kaca hampir sama dengan matriks.⁸

Rekomendasi pabrikan harus diikuti dalam pencampuran GIC, rasio bubuk dan cairan yang rendah mengurangi sifat mekanik dan meningkatkan kemungkinan degradasi semen. Pencampuran GIC terdiri dari dua yaitu :

Manual mixing, bubuk dan cairan dituang pada paperpad. Bubuk GIC dibagi dua bagian, bubuk pertama dicampurkan dengan cepat ke dalam cairan menggunakan spatula plastik untuk luting dan dilanjutkan dengan bubuk kedua dengan teknik menggesek dan melipat selama 45 detik sampai 60 detik tergantung pada produk yang digunakan.

1.4 CORE BUILD UP

1.4.1 Definisi

Core build up adalah salah satu langkah terpenting untuk memulihkan gigi yang rusak parah, patah, atau karies parah. *Core* menjadi bagian integral dari struktur penahan beban gigi. *Core* harus memberikan ketahanan dan bentuk retensi untuk restorasi koronal dan memiliki kekuatan yang cukup untuk menahan gaya oklusal.

1.5.2 Fungsi Core Build Up

Beberapa bahan gigi telah digunakan untuk prosedur pembentukan inti, beberapa secara direct dan indirect, seperti pasak dan inti cor khusus. Bahan yang digunakan untuk pembuatan inti langsung meliputi amalgam tembaga tinggi, komposit resin, komposit yang mengandung titanium, komposit yang dimodifikasi polyacid, RMGIC, dan semen perak .

Bahan berbasis glass-ionomer secara nyata lebih lemah dari komposit resin dan bahan amalgam. Meskipun beberapa sifat mekanik dari bahan ionomer kaca yang dimodifikasi resin hanya memburuk perlahan seiring waktu, stabilitas dimensi bahan yang dimodifikasi resin bisa menjadi buruk

1.5.3 SILIKA

Silika adalah senyawa kimia dengan rumus molekul SiO₂ (silicon dioksida) yang dapat diperoleh dari silika mineral, nabati dan sintesis kristal. Pada umumnya silika adalah dalam bentuk amorf terhidrat, namun dapat ditemukan di alam dalam beberapa

bentuk meliputi kuarsa dan opal, silika memiliki 17 bentuk kristal, dan memiliki tiga bentuk kristal utama yaitu kristobalit, tridimit, dan kuarsa.⁴⁵

Silika merupakan material yang tersedia di alam dan secara kuantitatif memiliki jumlah yang melimpah. Silika berada di dalam tanah berbentuk silika larut air (H_4SiO_4).

Silika merupakan biomineral nomor dua paling banyak di alam dan hanya kalah oleh biogenik CaCO_3 . Biomineralisasi silika di alam didominasi oleh biota akuatik sederhana termasuk diantaranya oleh organisme bersel tunggal (Diatomae, Radiolaria dan Synurophyta) dan organisme multiselular (spons). Biota akuatik laut tersebut telah dikenal memiliki kemampuan mengasimilasi materi inorganik seperti silikon dari lingkungan perairan dan membentuk polimer silika dengan berbagai disain unik untuk memperkuat sel dalam tubuhnya ataupun sebagai bagian dari struktur tubuhnya. Kemampuan alami biota ini telah menarik peneliti dan pemerhati silika terutama di bidang teknologi nano, seiring dengan perkembangan riset bidang biomimetics, yaitu riset mengenai teknologi pembentukan material dengan sistem biologi atau biomolekul.

SiO_2 (silika) material yang berdaya guna tinggi, aplikasinya sangat luas baik dalam kegiatan industri maupun kehidupan sehari-hari. Proses sintesis silika yang selama ini dilakukan di industri memerlukan kondisi proses yang boros energi dan tidak ramah lingkungan seperti suhu, pH dan tekanan tinggi serta menggunakan surfaktan yang dapat mencemari lingkungan. Karena itu, studi biosilika, pembentukan polimer silika pada makhluk hidup, menjadi menarik dan sangat intensif dipelajari untuk mengatasi pada proses sintesis silika, terutama yang berskala nano.

Adapun sifat kimia silika yaitu: a.

Reaksi asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidrofluorida dan asam phosphate: $\text{SiO}_2(\text{s}) + 4\text{HF}(\text{aq}) \rightarrow \text{SiF}_4(\text{aq}) + 2\text{H}_2\text{O}(\text{l})$ dalam asam berlebih reaksinya adalah: $\text{SiO}_2 + 6\text{HF} \rightarrow \text{H}_2(\text{SiF}_6)(\text{aq}) + 2\text{H}_2\text{O}(\text{l})$ □

b. Reaksi Basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama basa kuat seperti hidroksida alkali $\text{SiO}_2(\text{s}) + 2\text{NaOH}(\text{aq}) \rightarrow \text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{H}_2\text{O}$

Biosilika diatom terutama terdiri dari silika (amorphous hydrated SiO_2) dengan sebagian kecil makromolekul organik yang sejak lama diduga ikut berperan dalam mengontrol pembentukan silika dengan pola nanonya. Sintesis silika pada diatom terjadi di dalam silica deposition vesicle (SDV) yang terdapat pada organ intra sel yang dikelilingi oleh membran silikalema.

1.5.4 DIATOM

Diatom merupakan suatu mikroalga unisel (kadang berkoloni) dengan ukuran berkisar antara 2 μm sampai 4 mm yang memiliki dinding khas terbuat dari silika. Diatom bersifat non-motil sehingga pergerakannya sangat ditentukan oleh pergerakan air, tetapi ada beberapa diatom yang dapat bergerak namun dengan sangat lambat. Diatom dapat ditemukan di perairan tawar maupun ekosistem laut dan secara umum hidup pada tempat yang lembab. Diatom mempunyai peranan penting dalam dunia riset dan penelitian.

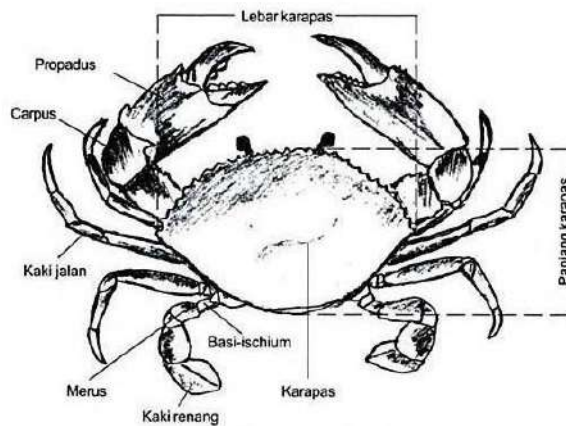
Diatom adalah nama lain dari kelas Bacillariophyceae, salah satu anggota dari divisi Bacillariophyta. Diatom (Bacillariophyceae) merupakan anggota fitoplankton yang dominan di laut, terutama laut terbuka dengan ukuran berkisar 0,01-1,00 mm.⁴⁹ Diatom disebut juga *golden brown algae* karena memiliki pigmen warna kuning lebih banyak daripada pigmen warna hijau. Pigmen tersebut yang menjadikan suatu perairan yang padat Diatomnya akan terlihat berwarna agak cokelat muda (Sachlan 1982: 70; Bold & Wayne 1978: 497). Tipe dinding sel diatom merupakan karakter utama dalam pengklasifikasian Diatom. Berdasarkan tipe dinding selnya (*frustule*), Diatom dibagi

menjadi 2 bangsa, Centrales dan Pennales. Bangsa Centrales memiliki simetri radial, sedangkan bangsa Pennales berbentuk pennatus.

1.5.5 KEPITING BAKAU

Kepiting memiliki bentuk tubuh yang lebar melintang. Ciri khas yang dimiliki bangsa kepiting adalah karapas berbentuk pipih atau agak cembung dan berbentuk heksagonal atau agak persegi (Afrianto dan Liviawaty, 1992). Kasry (1996) menjelaskan bahwa ciri kepiting bakau adalah karapas berwarna sedikit kehijauan, pada kiri dan kanan karapas terdapat 9 buah duri tajam, bagian depan diantara kedua tangkai matanya terdapat 6 buah duri. Capit kanan lebih besar daripada capit kiri dengan warna kemerahan pada kedua ujung capit, mempunyai 3 pasang kaki jalan dan 1 pasang kaki renang yang terdapat pada ujung abdomen.

Kabupaten Bone adalah salah satu daerah sentra produksi kepiting bakau yang



Gambar 1. 1 Kepiting Bakau

memiliki potensi untuk melakukan budidaya terutama budidaya kepiting bakau. Komoditas kepiting bakau telah lama dikenal oleh masyarakat melalui usaha penangkapan. Usaha kepiting bakau telah cukup lama dilakukan untuk memenuhi kebutuhan pasar domestik Morfologi kepiting bakau tersebut lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar.

Klasifikasi *Scylla paramamosain* menurut King (1995) dan Keenan (1999) dalam Pavasovic (2004) adalah sebagai berikut :

Filum : Arthropoda

Subfilum: Crustacea

Klas : Malacostraca Subklas

: Eucarida

Ordo : Decapoda

Famili : Portunidae

Genus : *Scylla*

Spesies : *Scylla paramamosain*

Genus *Scylla* mempunyai tiga spesies lain yaitu *Scylla serata*, *S. oceanica* dan *S.transquebarica*

Komposisi kimia cangkang kepiting bakau meliputi kadar air, abu, lemak, protein, dan karbohidrat (Tabel 1). Komposisi kimia cangkang kepiting bakau ditentukan dengan analisis proksimat.

Komponen kimia	Persentase (%)
Kadar air (bb)	5.39
Kadar abu (bk)	57.26
Kadar lemak (bk)	2.38
Kadar protein (bk)	14.11
Kadar karbohidrat (bk)	26.25
Kalsium karbonat	40-70
Kitin	18.70-32.20

Tabel 1. 2 Kandungan kepiting bakau (Hasil analisis proksimat tepung cangkang kepiting bakau)¹ Sumber: Komposisi Kimia Tepung Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla serrata*)

1.5.6 SINTESIS HIDROKSIAPATIT CANGKANG KEPITING

Hidroksiapatit (HA) memiliki formula kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$ saat ini dikembangkan pada pembentukan gigi dan tulang. Objek pengembangan Hidroksiapatit berasal dari berbagai sintesis bahan dan limbah yang mudah didapatkan dari alam. Bahan alam atau limbah yang banyak dipakai salah satunya adalah bahan yang mengandung kalsium karbonat (CaCO_3) yang melimpah. Cangkang kepiting memiliki kandungan kalsium karbonat sebesar 40% - 70%.

Cangkang kepiting telah menjadi sumber yang menarik untuk produksi hidroksiapatit, karena ketersediaan globalnya, biaya rendah, pasokan tidak terbatas dan karena pengembangan metode produksi yang sederhana, murah, ekonomis dan efisien. Kandungan CaCO_3 yang besar, cangkang kepiting dapat digunakan sebagai prekursor CaO dengan cara dikalsinasi pada suhu 1000°C kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan ion karbonat yang dapat mengganggu proses sintesis.

Pembentukan Hidroksiapatit pada kepiting bakau (*Scylla Spp*) diperoleh dengan kalsinasi pada suhu 900°C sebesar 63,5%. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin besar pula hidroksiapatit yang terbentuk dari sampel cangkang kepiting, sedangkan dari karakterisasi XRD dan XRF diperoleh analisis kadar CaO tertinggi pada suhu 800°C sebesar 51,9%.

Pada penelitian Dahlan et al. menghasilkan kristalit HAp (~800 nm) dari serbuk kalsium yang diperoleh setelah kalsinasi cangkang kepiting bakau Merouke. Dalam penelitian lain, Chudhuri et al. melaporkan pembentukan lapisan HAp pada permukaan lembaran fleksibel cangkang kepiting setelah direndam dalam larutan *dipotassium phosphate* (K_2HPO_4).⁵⁴



Gambar. 2.2 Prosedur pembuatan hidroksiapatit cangkang kepiting

Limbah cangkang kepiting dicuci untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada cangkang kepiting kemudian jemur di bawah sinar matahari sampai kering untuk mengurangi kadar air. Cangkang kepiting yang telah kering ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh agar menghasilkan ukuran serbuk yang homogen sehingga hasil kalsinasi cangkang kepiting maksimal. Kalsinasi bergantung pada ukuran dan lama pemanasan yang digunakan. Cangkang kepiting selanjutnya dikalsinasi pada suhu 1000 C selama 5 jam, hal ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik, dan menguraikan CaCO_3 menjadi CaO dan CO yang terkandung dalam cangkang kepiting. Sesuai dengan persamaan (1): $\text{CaCO}_3 (\text{s}) \rightarrow \text{CaO} (\text{s}) + \text{CO} (\text{g}) \Delta H = 182,1 \text{ kJ mol}$ Panas yang dihasilkan tanur membuat ikatan kimia menjadi renggang dan atom yang berikatan bergerak bebas sehingga senyawa akan lepas sesuai dengan titik didihnya. Air dan zat organik yang terkandung dalam cangkang kepiting mengalami penguraian, hal ini ditandai dengan keluarnya bau yang tidak sedap pada tanur pada rentang suhu kalsinasi. Zat organik yang terkandung didalam cangkang kepiting diantaranya protein dan kitin. Dari data DTA kalsinasi cangkang telur bebek pada penelitian Sari (2013) mengungkapkan bahwa CO dari CaCO_3 akan lepas pada suhu 700 sampai 850 C ditandai dengan perubahan massa yang signifikan pada suhu tersebut dan CaO stabil pada suhu 850 sampai 1000°C.⁹



Gambar 1. 2 Alat Tanur dan Timbangan Bahan Simple

Setelah dikalsinasi cangkang kepiting didinginkan secara perlahan dengan cara didinginkan di dalam tanur selama semalam sampai mencapai suhu ruang, karena penurunan panas yang mendadak dapat menyebabkan material mengalami *thermal shock* mengakibatkan struktur material menjadi tidak stabil. Cangkang kepiting yang telah dikalsinasi mengalami perubahan warna dari serbuk jingga keabu-abuan menjadi putih keabu-abuan hal ini menandakan bahwa cangkang kepiting telah mengalami dekomposisi *thermal* menjadi CaO seperti yang ditunjukkan pada gambar.



Gambar 1. 3 Cangkang kepiting sebelum kalsinasi (a) dan setelah kalsinasi (b)

1.5.7 SINTESIS KITOSAN CANKANG KEPITING

Kitosan telah diperkenalkan dalam kedokteran gigi karena struktur kristalnya yang stabil dan tidak larut dalam pH basa, sehingga menghasilkan ikatan hidrogen yang kuat. GIC yang ditambahkan ke kitosan diharapkan memiliki dampak yang lebih kecil terhadap lingkungan mulut tanpa kehilangan sifat mekaniknya. Penambahan kitosan pada GIC memberikan efek positif terhadap hasil kekerasan mikro dan kekasaran permukaan. Oleh karena itu, penggunaannya di mulut cukup menjanjikan. Soygun dkk, mengungkapkan bahwa nilai kekerasan mikro kelompok GIC modifikasi kitosan sebesar 5% dan 10% lebih sedikit dipengaruhi oleh pasien dengan asam lambung. GIC yang dimodifikasi kitosan menjanjikan pada pasien GERD karena efektivitasnya yang relatif rendah dalam siklus erosi asam lambung.

Kitosan memiliki sifat biologis yang beragam, yang merupakan biopolimer yang kompatibel secara biologis, tidak beracun, dapat terbiodegradasi, bioadhesif, biokompatibilitas, dan pembaruan hayati yang menyebabkan penggunaannya dalam berbagai bidang seperti pengiriman obat, rekayasa jaringan, dan produk kesehatan. Kitosan telah banyak digunakan dalam bidang kedokteran gigi termasuk augmentasi edentulous ridge, osteogenesis, meningkatkan sekresi air liur, sebagai alat bantu regenerasi tulang dan untuk meningkatkan penyembuhan luka. Kitosan mempunyai sifat antibakteri dimana penambahan kitosan pada GIC tidak mengganggu sifat fisik dasar struktur.

Potensi limbah dari cangkang kepiting dapat diolah lebih lanjut menjadi senyawa polisakarida seperti kitin $[(C_8H_{13}NO_5)_n]$ melalui pendekatan teknologi yang tepat. Kitin dapat diolah lebih lanjut menjadi kitosan $[(C_6H_{11}NO_4)_n]$, produk ini mempunyai sifat mudah terurai dan tidak mempunyai sifat beracun sehingga sangat ramah terhadap lingkungan. Kitin disintesis dengan cara menghilangkan dua komponen besar yaitu protein dan mineral. Penghilangan protein melalui deproteinasi, penghilangan mineral berupa kalsium karbonat melalui demineralisasi, selain itu juga sejumlah kecil pigmen dihilangkan melalui dekolonisasi (Younes dan Rinaudo 2015). Dua metode sintesis yang telah dilakukan untuk menghasilkan kitin murni yaitu secara enzimatik dan kimiawi. Metode enzimatik menggunakan enzim dari bakteri sedangkan secara kimiawi dengan penambahan senyawa asam dan basa (Afriani et al. 2016).

Deproteinasi secara kimiawi yang telah dilakukan dengan menggunakan senyawa kimia antara lain NaOH, Na_2CO_3 , $NaHCO_3$, KOH, $K_2C_2O_3$, KOH, K_2CO_3 , $Ca(OH)_2$, Na_2SO_3 , $NaHSO_3$, $CaHSO_3$, Na_3PO_4 dan Na_2S . NaOH merupakan senyawa kimia yang paling banyak digunakan dengan rentang konsentrasi 0,125-5 M (Younes et al. 2012). Mineral dihilangkan dengan cara pengasaman menggunakan HCl (Fernandez-Kim 2004). Proses pemisahan mineral ditunjukkan dengan terbentuknya gas CO_2 berupa gelembung udara pada saat larutan HCl ditambahkan dengan cangkang terdeproteinasi (Afriani et al. 2016). Kitin yang diperoleh dapat diubah menjadi kitosan dengan cara merubah gugus asetamida ($NHCOCH_3$) pada kitin menjadi gugus amina ($-NH_2$). Kemurnian kitosan sangat ditentukan oleh derajat deasetilasi, semakin banyak gugus asetil yang dapat dihilangkan maka semakin tinggi nilai derajat deasetilasinya.

1.5 TEORI SIFAT MEKANIK

Sifat mekanik suatu material adalah sifat yang mempengaruhi kekuatan mekanik dan kemampuan suatu material ketika diberikan perlakuan mekanis pada material tersebut. Tes kekuatan mekanik penting untuk dilakukan dalam memahami daya tahan semen yang akan memasuki keadaan dinamis segera setelah memasuki rongga mulut. Pengetahuan tentang hal ini memungkinkan kita untuk membedakan antara potensi penyebab kegagalan klinis yang mungkin disebabkan oleh kekurangan bahan, fitur desain, kesalahan dokter gigi, kesalahan teknis, atau faktor pasien seperti diet, besaran gaya menggigit, dan orientasi gaya.

1.5.1 KEKUATAN KEKERASAN (*Hardness Strength*)

Kekerasan material merupakan salah satu sifat mekanik yang memegang peranan penting dalam berbagai industri dan rekayasa material. Metode ini merupakan prosedur standar yang digunakan untuk menentukan resistensi suatu material terhadap penetrasi atau deformasi plastis oleh sebuah indenter.

Dengan bantuan Hardness Test, kita dapat memperoleh informasi berharga mengenai kualitas, ketahanan, dan daya tahan material, yang menjadi kunci dalam proses perancangan dan produksi berbagai komponen penting.

Konsep dasar kekerasan material, menjelaskan berbagai metode Hardness Test seperti Rockwell, Brinell, dan Vickers, serta mengulas aplikasi dan signifikansi penting dari pengukuran kekerasan material yang digunakan dalam kedokteran gigi seperti glass ionomer, komposit dan yang lainnya.

1.5.2 Kekuatan Penyusutan (*Shrinkage Strength*)

penyusutan akan senantiasa terjadi pada bahan-bahan yang mengalami perubahan panjang, luas, atau volumenya. Penyusutan adalah serangkaian bentuk peristiwa bertambahnya ukuran benda karena adanya pengaruh dari perubahan suhu atau faktor lainnya.

Tegangan penyusutan polimerisasi bahan berbasis resin telah dikaitkan dengan beberapa konsekuensi klinis yang tidak diinginkan, seperti perambatan retak enamel, defleksi titik puncak, celah marginal dan internal, dan penurunan kekuatan ikatan.

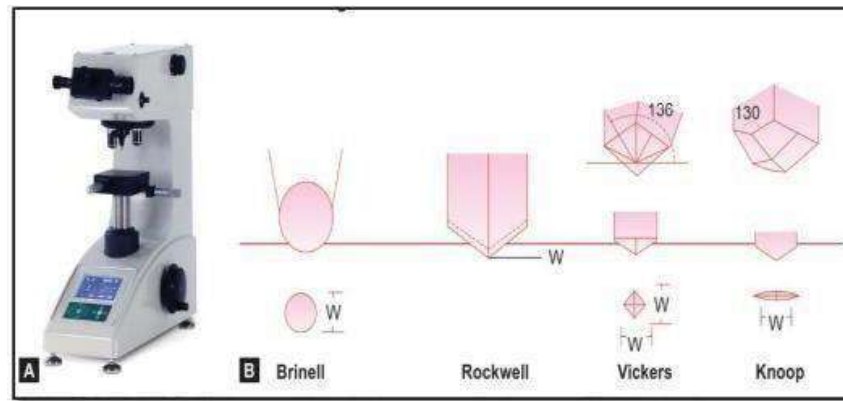
1.5.3 Kebocoran Mikro (*Micro Leak Strength*)

Kebocoran mikro disebabkan adanya pengerutan akibat perubahan fisik atau kimia di dalam material biasanya akan menimbulkan celah sehingga terjadilah kebocoran mikro.

Kebocoran mikro merupakan masalah besar dalam bidang restorasi. Jika bahan tumpatan memiliki koefisien ekspansi termal yang lebih tinggi daripada struktur gigi, menurunnya temperatur akan menyebabkan kontraksi sehingga menimbulkan celah.

1.5.4 UJI KEKERASAN (HARDNESS STRENGTH)

Uji kekerasan dilakukan dengan mengaplikasikan gaya yang sudah ditentukan pada sebuah indenter yang akan menghasilkan bentuk indentasi yang simetris untuk mengukur kedalaman, luas area dan lebar indentasi yang dihasilkan diukur dengan sebuah mikroskop. Sebuah indenter ditekan ke dalam suatu bahan dengan besaran dan waktu tertentu.



Gambar 1. 4 Alat uji kekerasan knoop dan Vickers: A) Mikroskop; B) Jenis-jenis uji kekerasan

Terdapat tiga tipe indenter yang biasa digunakan untuk menguji kekerasan bahan dental yaitu:

- Brinell hardness number (BHN)
- Vickers hardness number (VHN) atau diamond pyramid hardness (DPH)
- Knoop hardness (KHN)

1.5.5 UJI PENYUSUTAN (Shrinkage Strength)

Penyusutan adalah proses berkurangnya ukuran benda akibat pengaruh dari perubahan suhu atau menerima suhu dingin sehingga dalam ukuran asalnya memiliki jumlah yang mengurang dari kondisi setelahnya.

Pengujian menggunakan SEM (*Scanning Electronic Microscopy*) dengan perbesaran 20.000 kali. Scanning electron microscopy adalah salah satu mikroskop electron yang digunakan untuk menyelidiki permukaan dari sebuah objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran dari 10 hingga 3.000.0000 kali, depth of field 4 - 0.4 mm dan dengan resolusi sebesar 1-10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, depth of field yang besar, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi, dan resolusi yang baik menjadikan

1.5.6 UJI KEBOCORAN MIKRO (*Micro Leak Strength*)

Kebocoran mikro dapat menyebabkan hipersensitif pada gigi, diskolorasi restorasi, perubahan warna dentin, karies sekunder, cedera pulpa, dan akhirnya dapat mengakibatkan lepasnya restorasi atau protesa. Derajat kebocoran mikro dapat dimonitor dengan penetrasi dari agen pewarna.

Hasil pengujian diukur berdasarkan penetrasi dye menurut Hevinga dkk. sit Christiono S. (2011) skor penetrasi dye dikriteriakan menjadi tiga yaitu; skor 0 : Tidak ada penetrasi dari larutan pewarna, skor 1 : Penetrasi larutan pada bagian setengah dari bagian permukaan antara penutupan fisura dan struktur gigi, skor 2 : Penetrasi larutan pewarna lebih dari setengah dari seluruh permukaan penutupan fisura.

1.6 Rumusan Masalah

- 1.6.1 Bagaimana efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Hardness Strength* glass ionomer core build up?
- 1.6.2 Bagaimana efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Shrinkage Strength* glass ionomer core build up?
- 1.6.3 Bagaimana efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Micro leak Strength* glass ionomer core build up?
- 1.6.4 Apakah ada perbandingan antara GIC konvensional dan GIC formulasi modifikasi terhadap pengaruh penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan nanosilika dari diatom terhadap *Hardness Strength*, *Shrinkage Strength*, *Micro Leak Strength*, bubuk glass ionomer core build up?
- 1.6.5 Berapakah formulasi rasio hidroksiapatit dan kitosan, dan nanosilika dari diatom pada bubuk glass ionomer yang menghasilkan *ardness Strength*, *Shrinkage Strength*, *Micro Leak Strength*, core build-up paling ideal?

1.7 Hipotesa

- 1.7.1 Ada efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Hardness Strength*, Powder glass ionomer core build up
- 1.7.2 Ada efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Shrinkage Strength*, Powder glass ionomer core build up
- 1.7.3 Ada efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Micro leak Strength*, Powder glass ionomer core build up
- 1.7.4 Ada perbandingan antara GIC konvensional dan GIC formulasi modifikasi terhadap pengaruh penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan nanosilika dari diatom terhadap *Hardness Strength*, *Shrinkage Strength*, *Micro Leak Strength*, Powder glass ionomer core build up.
- 1.7.5 Terdapat formulasi rasio hidroksiapatit dan kitosan, dan nanosilika dari diatom pada bubuk glass ionomer yang idela untuk *Hardness Strength*, *Shrinkage Strength*, *Micro Leak Strength*, core build-up.

1.8 Tujuan Penelitian

1.9.1 Tujuan Umum

Untuk Menganalisis Efikasi formula Glass Ionomer dengan Hidroksiapatit dan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla serrata*) dan silika dari Diatom terhadap *Hardness Strength*, *Shrinkage Strength* dan *Micro Leak Strength* untuk Core BuildUp.

1.9.2 Tujuan Khusus

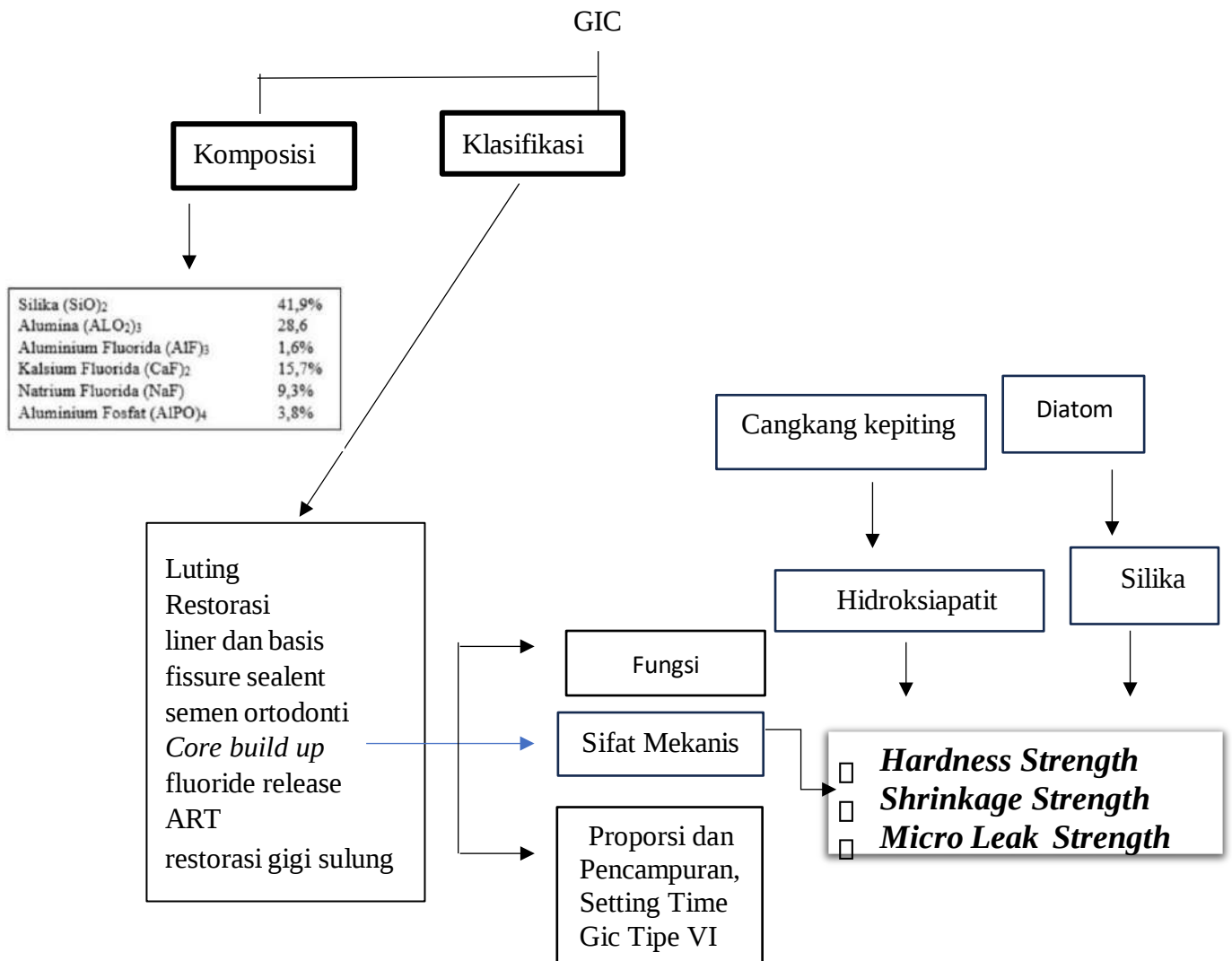
- Untuk mengetahui efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap *Hardness Strength*, Powder glass ionomer core build up

- Untuk mengetahui efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap Shrinkage Strength, Powder glass ionomer core build up
- Untuk mengetahui efikasi penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan silika dari diatom terhadap Micro leak Strength, Powder glass ionomer core build up
- Untuk mengetahui Ada perbandingan antara GIC konvensional dan GIC formulasi modifikasi terhadap pengaruh penambahan hidroksiapatit dan kitosan dari cangkang kepiting bakau dan nanosilika dari diatom terhadap Hardness Strength, Shrinkage Strength, Micro Leak Strength, Powder glass ionomer core build up.
- Untuk mengetahui Terdapat formulasi rasio hidroksiapatit dan kitosan, dan nanosilika dari diatom pada bubuk glass ionomer yang ideal untuk Hardness Strength, Shrinkage Strength, Micro Leak Strength, core buildup.

1.9 Manfaat Penelitian

- 1.9.1** Menambah khasanah ilmu pengetahuan dokter gigi khususnya prostodonti mengenai Efek penggunaan formula Glass Ionomer dengan Hidroksiapatit dan Kitosan dari Cangkang Kepiting Bakau (*Scylla serrata*) dan Silika dari Diatom terhadap Hardness Strength, Shrinkage Strength dan Micro Leak Strength untuk Core Build Up.
- 1.9.2** Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai pemanfaatan limbah cangkang kepiting bakau sebagai bahan restorasi gigi pada glass ionomer untuk Core Build Up

1.6. Desain Konseptual



BAB II

METODE PENELITIAN

2.1 Jenis Dan Rancangan Penelitian

Penelitian ini adalah penelitian experimental laboratories, dengan rancangan penelitian the post test only control group design.

2.2 Waktu Dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia dan Farmasetik Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Makassar dan pengukuran *Hardness Strength*, *Shrinkage Strength* dan *Micro Leak Strength* sampel dilakukan di Laboratorium fakultas Teknik Universitas Hasanuddin untuk penelitian SEM dilakukan di biomolekuler Teknik UMI Makassar pada bulan Juni 2024 – September 2024

2.3 Alat dan Bahan Penelitian

□ Alat Penelitian

1. *Mold* berupa plat yang terbuat dari *stainless steel* untuk pencetakan sampel.
2. *Plastic filling instrument*
3. *stopper*
4. *Handpiece contra angle*
5. Mikromotor
6. Bur poles
7. Mesin inkubator
8. Gelas kimia (250 ml, 500 ml, 1000 ml)
9. Ayakan 100 mesh
10. Magnetic stieres
11. Tanur
12. Oven
13. Blender (Cosmos CB 171 P)
14. Cawing porselen/ Krus tutup
15. Buret
16. pH meter
17. SEM
18. FT-IR
19. Micro Vickers Hardness Tester

□ Bahan Penelitian

10. GIC
11. Cangkang kepiting bakau
12. *Mylar strip*

13. Prekursor Asam Posfat dan Kalsium
14. Larutan NaOH
15. Larutan NH₄OH
16. Pewarna methylene blue 1%

2.4 Sample Penelitian

Sampel penelitian ini adalah sintesis cangkang kepiting bakau dilakukan dengan metode presipitasi untuk mendapatkan bubuk hidroksiapatit. Serbuk hidroksiapatit dan GIC modifikasi di manipulasi dan di campur dengan baik. Kelompok Perlakuan

RAKL (rancangan acak kelompok) dengan tiga kali ulangan yakni

1. Perlakuan A (variasi konsentrasi hidroksiapatit) = 1 taraf, yaitu 9 % (F2,F6,F7,F8).
2. Perlakuan B (variasi konsentrasi kitosan) = 3 taraf, yaitu 1% (F3&F6), 2% (F4&F7) dan 3%. (F5&F8)
3. Kelompok Kontrol = F1

Jumlah sampel yang digunakan dalam penelitian ini sebanyak 28 sampel.

Jumlah sampel yang digunakan dalam penelitian ini sebanyak 28 sampel berdasarkan rumus Frederer. Rumus federer digunakan untuk menentukan jumlah pengulangan agar menghasilkan data yang valid. Biasanya dapat diartikan jika jumlah pengulangannya disamakan dengan dengan jumlah sampel/hewan uji dalam tiap kelompok

Rumus Frederer

$$(t-1) (n-1) \geq 15$$

$$(8-1) (n-1) \geq 15$$

$$7n-7 \geq 15$$

$$7n \geq 15 + 7$$

$$7n = \underline{22} = 3,1 \text{ dibulat kan Menjadi } 3 \text{ 7}$$

Jadi Jumlah Sample :

Kontrol	=	7 x 1 = 7
---------	---	-----------

<u>Perlakuan</u>	=	7 x 3 = <u>21</u> +
------------------	---	---------------------

Total Sampel		28
--------------	--	----

2.5 Besar Sample Penelitian

□ Kriteria Subjek Penelitian

Tabel 2. 1 Formulasi Komposisi Penyusun Glass Inomer

Bahan	Formulasi (%)							
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8
SiO ₂	42%	91 %	99 %	98%	97 %	90 %	89 %	88 %
Al ₂ O ₃	28%							
CaF ₂	15%							
AlPO ₄	4%							
NaF	9%							
AlF ₃	2%							
Hidroksiapatit	-	9%	-	-	-	9%	9%	9%
Kitosan	-	-	1%	2%	3%	1%	2%	3%

Bahan – bahan pada GIC secara umum adalah SiO₂, Al₂O₃, CaF₂, AlPO₄, NaF, dan AlF₃. Namun dalam pembentukan GIC bahan utama yang dipakai adalah SiO₂, Al₂O₃, CaF₂, dan AlPO₄ karena senyawa NaF dan AlF₃ hanya memiliki persentasi kecil dalam penyusunan GIC dan fungsi dari senyawa tersebut sudah terdapat dalam senyawa penyusun GIC utama. Komposisi powder GIC bervariasi tergantung pada klasifikasi GIC berdasarkan aplikasi atau fungsinya

2.6 Prosedur Penelitian

□ Ekstraksi Kitosan dari Cangkang Kepiting.

Kitin diperoleh melalui dua tahap yaitu deproteinasi dan demineralisasi. Deproteinasi menggunakan NaOH 3N dengan perbandingan (1:10 gr/mL) pada suhu 80°C selama 60 menit. Demineralisasi menggunakan larutan HCl 1N, dengan perbandingan yang berbeda yaitu 1:10 dan 1:15 selama 60 menit pada suhu ruang. Kitin diubah menjadi kitosan melalui tahap deasetilasi yaitu dengan merendam kitin menggunakan pelarut NaOH 60% dengan perbandingan 1:10 pada suhu 140°C selama 60 menit. Sampel dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80°C selama 1 jam dan diperoleh serbuk kitosan (Luthfiyana *et al.*, 2022).

□ Pembuatan hidroksiapatit dari cangkang kepiting

Preparasi Serbuk Cangkang Kepiting Cangkang kepiting dicuci dengan air dan disikat hingga bersih, dikeringkan di bawah sinar matahari sampai kering. Cangkang kepiting yang telah kering, kemudian dihaluskan menggunakan mortar-alu, blender dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh. Serbuk yang dihasilkan disimpan dalam tempat tertutup.

• Kalsinasi Cangkang Kepiting

Serbuk cangkang kepiting ditimbang sebanyak 8 gram dan dikalsinasi dengan tanur suhu 850, 900, 950 dan 1000°C selama 5 jam. Serbuk yang telah

dikalsinasi, dipindahkan ke desikator dan ditimbang massanya sampai konstan. □

Sintesis Hidroksiapatit

Serbuk yang telah dikalsinasi kemudian dipresipitasi dengan mencampurkan variasi konsentrasi KH_2PO_4 (0.25, 0.5, 0.75, dan 1M) ke dalam larutan CaO 0.3 M hasil kalsinasi. Campuran larutan CaO selanjutnya diaduk menggunakan magnetic stirrer pada suhu 37°C selama 30 menit. Larutan hasil presipitasi kemudian disimpan pada suhu kamar selama 24 jam hingga mendapatkan endapan hidroksiapatit berwarna putih. Endapan kemudian dikeringkan kemudian dilakukan proses sintering untuk membentuk hidroksiapatit pada suhu 800°C selama 4 jam (Romadhonaet al., 2023).

- **Isolasi Silika dari diatom.**

Isolasi basah dilakukan dengan cara sampel diatom didiamkan selama 24 jam untuk mengendapkan biomassa dan cairannya dibuang, kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 5 menit (Wahyuni et al., 2021). Selanjutnya, dicuci dengan cara masukkan biomassa basah kedalam tabung falcon 50 mL dan ditambahkan HNO_3 hingga 45 mL lalu divortex hingga homogen. Selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 5 menit, buang bagian supernatannya lalu cuci kembali hingga endapan berwarna putih kekuningan yang merupakan biosilika (Medina et al., 2019). Tahap selanjutnya yaitu penetralan dengan Aqua Dm lalu di sentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 5 menit, buang bagian supernatannya lalu cuci kembali hingga pH dari supernatannya netral. Setelah itu, masukkan ke dalam cawan krus lalu keringkan pada oven dengan suhu 100°C selama 12 jam hingga menjadi serbuk. Selanjutnya proses pemanasan serbuk silika untuk menghilangkan dari komponen organik dan kandungan air yang diserap sebagai kristal, dengan cara dipanaskan menggunakan tanur pada suhu 550°C selama 1 jam (Kohler et al., 2017).

- **Pembuatan bubuk Glass ionomer .**

Serbuk GIC dibuat dengan mencampurkan serbuk silika, alumina, kalsium fluorida dan aluminium fosfat menggunakan HEM, sehingga campuran bahan menjadi homogen. Presentase berat yang digunakan dalam masing-masing bubuk mengandung 41% SiO_2 , 27% Al_2O_3 , 21% CaF_2 , dan 11% AlPO_4 . Kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 1200°C menggunakan tungku hingga terbentuk bubuk GIC (Rudyardjo et al, 2020). Kemudian bubuk GIC dan cairan GIC dari pabrik lalu dimanipulasi pada kertas pad. Manipulasi dilakukan dengan membagi bubuk GIC menjadi dua bagian secara merata. Sebagian bubuk GIC diarahkan ke dalam cairan kemudian diaduk dengan Gerakan melipat menggunakan spatula. Pengadukan dilakukan selama 10 detik. Selanjutnya, sisa bubuk ditambahkan dan seluruh bahan diaduk dalam waktu 15-20 detik sehingga menghasilkan konsentrasi seperti dempul. (Hidayati et al, 2023)

Massa GIC yang telah homogen dimasukkan ke dalam cetakan berbentuk silinder (diameter 4mm, tinggi 6mm) dengan menggunakan plastis instrument. Bagian atas cetakan ditutup dengan celluloid strip dan diberi beban 0,5kg untuk menyamakan kepadatan. Matriks celluloid strip diambil setelah massa mengeras kemudian specimen dikeluarkan dari cetakan dan dilakukan pengukuran kekuatan tekan, tarik dan geser pada specimen

2.7 Penyimpanan Sample

Sampel disimpan pada inkubator dengan suhu 37°C selama 24 jam.

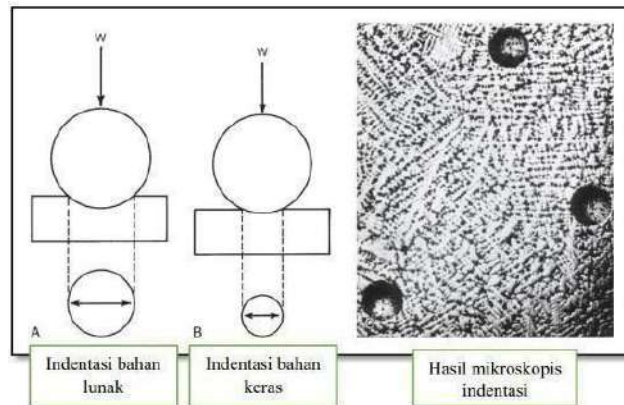
2.8 Pengujian Hardness Strength

Uji kekerasan dilakukan dengan mengaplikasikan gaya yang sudah ditentukan pada sebuah indentor yang akan menghasilkan bentuk indentasi yang simetris untuk mengukur kedalaman, luas area dan lebar indentasi yang dihasilkan diukur dengan sebuah mikroskop. Sebuah indentor ditekan ke dalam suatu bahan dengan besaran dan waktu tertentu.

Terdapat tiga tipe *indenter* yang biasa digunakan untuk menguji kekerasan bahan dental yaitu:

1. *Brinell hardness number* (BHN)

Indentasi untuk kekerasan Brinell sangat kecil, menggunakan bola baja, yang ditekan pada permukaan material dibawah kekuatan khusus. Indentasi ini meninggalkan bekas berbentuk bulat pada material yang diujikan, kekerasan diukur dengan melihat diameter dari permukaan yang diindentasi.



Gambar 2. 1 Metode uji kekerasan Brinell (Sakaguchi, 2012)

Gambar 2. 1 Metode uji kekerasan Brinell (Sakaguchi, 2012)²⁰

2. *Vickers hardness number* (VHN) atau *diamond pyramid hardness* (DPH) Indentasi kekerasan Vickers berbentuk persegi, bentuk pyramid intan, yang meninggalkan bekas bentuk persegi ketika indentasi berbentuk intan ditekan pada permukaan material. Kekerasan dihitung dengan mengukur diagonal dari persegi dan menghitung rata-rata dari kedua dimensi.

Uji kekerasan Brinell dan Vickers keduanya digunakan untuk menghitung kekerasan logam gigi, dan nilai kekerasan dari logam dinyatakan dalam satuan *Vickers Hardness Number* atau *Brinell Hardness Number*. Untuk membandingkan nilai Vickers dan Brinell, menggunakan hubungan :¹⁰

$$\text{VHN} = 1.05 \times \text{BHN Atau BHN} \\ = \text{VH N}$$

1.05

3. Knoop hardness (KHN)

Indentasi untuk kekerasan Knoop juga terbuat dari intan, namun bagian garis luarnya yang membedakan dengan indentasi Vickers, walau berbentuk intan, salah satu diagonalnya lebih panjang daripada yang lain. Hanya diagonal yang panjang digunakan untuk menentukan Knoop hardness number. Untuk mengukur microhardness dari permukaan gigi yang mengalami erosi, hampir semua pengukuran menggunakan Knoop atau Vickers.

2.9 Pengujian Shrinkage Strength

Bubuk GIC modifikasi dicampur liquid GIC Fuji IX dengan perbandingan 1:1 kemudian direstorasi pada gigi yang telah dipreparasi. Gigi yang telah direstorasi dipotong sagital lalu dilakukan pengujian menggunakan SEM (Scanning Electronic Microscopy) dengan perbesaran 20.000 kali (Khiri et al., 2020). 9

Scanning electron microscopy adalah salah satu mikroskop electron yang digunakan untuk menyelidiki permukaan dari sebuah objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran dari 10 hingga 3.000.0000 kali, depth of field 4 – 0.4 mm dan dengan resolusi sebesar 1-10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, depth of field yang besar, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi, dan resolusi yang baik menjadikan.

2.10 Pengujian Mikro Leak Strength

Gigi premolar rahang atas dibersihkan dengan air dan direndam dalam larutan *saline*. Gigi kemudian diperiksa dengan menggunakan sonde untuk menentukan kedalaman pit dan fisurnya. Gigi yang memiliki pit dan fisura yang dangkal dan lebar tidak akan menyangkut apabila sonde dijalankan disepanjang pit dan fisura gigi, namun pada gigi yang memiliki pit dan fisura gigi yang dalam dan sempit sonde akan menyangkut saat dijalankan.

Kelompok 2 diaplikasikan bahan penutupan fisura GIC. Gigi diberi aplikasi dentin *conditioner* (*polyacrylic acid* 10%) dan dibiarkan selama 20 detik.^{1,16} Gigi yang telah diaplikasikan dentin *conditioner* dibersihkan dengan semprotan air dan dikeringkan dengan kapas selama 20 detik.¹⁷ Bahan GIC dengan merek Fuji VII dimanipulasi pada *paper pad* yang diletakkan diatas *mixing slab* dengan komposisi pengadukan powder dan liquid 1:1 selama 25 detik, waktu kerja selama 2 menit 10 detik dan waktu pengerasan selama 3 menit. Bahan GIC diaplikasikan menggunakan semen spatula plastik, lalu dioleskan selapis tipis GC Fuji varnish.

Gigi yang telah diaplikasikan bahan penutupan fisura diletakkan dalam wadah plastik diatas kapas basah dan disimpan dalam inkubator selama satu bulan pada suhu 37°C dipertahankan kelembabannya agar tetap seperti keadaan dalam rongga mulut. Kelembaban dapat dijaga dengan mempertahankan keadaan kapas agar tetap dalam keadaan basah. Kapas basah diganti pada hari ke-15. Isolasi daerah kerja dilakukan setelah satu bulan pengkondisian spesimen dalam inkubator pada suhu 37°C. Gigi diisolasi dengan cara diolesi varnish kuku diseluruh permukaan gigi kecuali pada bahan penutupan fisura lebih kurang 1 mm disekelilingnya.^{2,18} Gigi selanjutnya direndam dalam larutan *methylene blue* 5% selama 24 jam.¹ Gigi kemudian dicuci dan dikeringkan. Gigi dibelah menggunakan *carborundum disc* dengan arah buko-lingual melewati penutupan fisura menjadi dua bagian. Pemeriksaan spesimen dilakukan dengan melihat tingkat kebocoran mikro pada kedua sisi gigi yang telah dibelah menggunakan stereo mikroskop.¹⁵ Hasil pengujian diukur berdasarkan penetrasi *dye* menurut Hevinga dkk. sit Christiono S

Kebocoran mikro dapat menyebabkan hipersensitif pada gigi, diskolorasi restorasi, perubahan warna dentin, karies sekunder, cedera pulpa, dan akhirnya dapat mengakibatkan lepasnya restorasi atau protesa.¹ Derajat kebocoran mikro dapat dimonitor dengan penetrasi dari agen pewarna.

Hasil pengujian diukur berdasarkan penetrasi *dye* menurut Hevinga dkk. sit Christiono S. (2011) skor penetrasi *dye* dikriteriakan menjadi tiga yaitu; skor 0 : Tidak ada penetrasi dari larutan pewarna, skor 1 : Penetrasi larutan pada bagian setengah dari bagian permukaan antara penutupan fisura dan struktur gigi, skor 2 : Penetrasi larutan pewarna lebih dari setengah dari seluruh permukaan penutupan fisura.

2.11 Variable Penelitian

1. **Variabel bebas:** Variasi konsentrasi nanosilika, hidroksiapatit, dan kitosan
2. **Variabel akibat:** *Hardness Strength*, *Shrinkage Strength* dan *Micro Leak Strength*.
3. **Variabel kendali:** Penyimpanan sampel, prosedur penggunaan alat uji, dan konsentrasi penambahan

2.12 Definisi Operasional

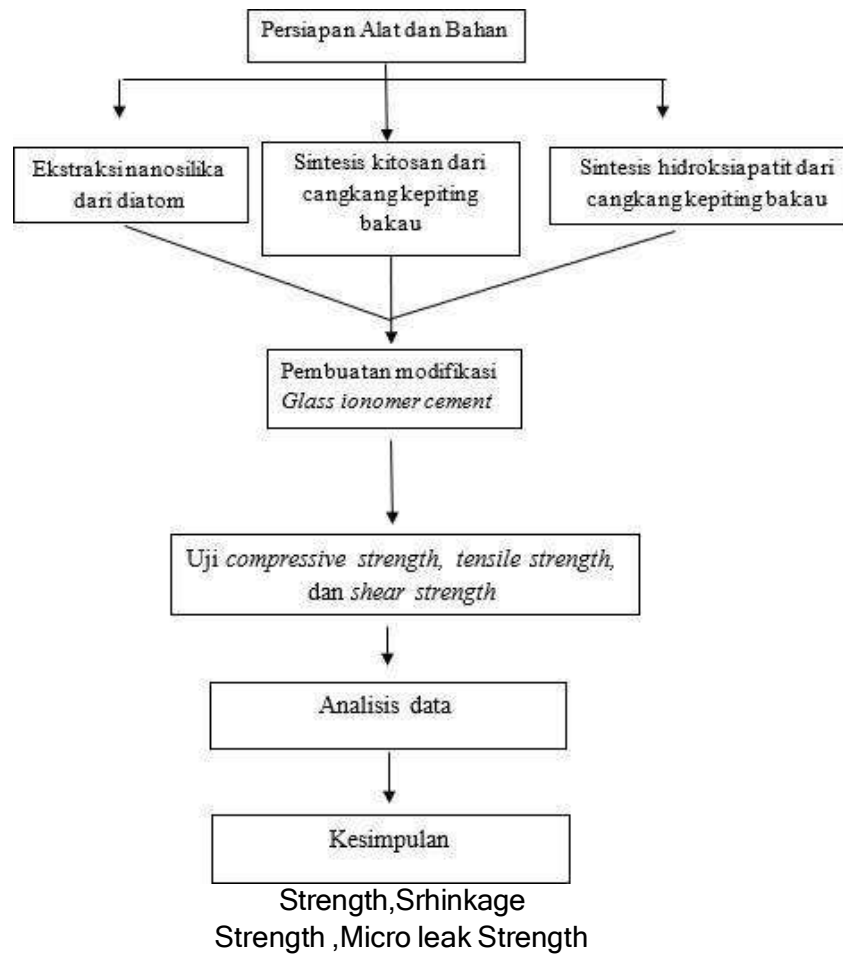
1. Hidroksiapatit cangkang kepiting berasal dari proses metode presipitasi untuk mendapatkan bubuk Hidroksiapatit. Serbuk Hidroksiapatit dan GIC modifikasi di manipulasi dan di campur dengan baik pada penelitian ini berasal dari Hidroksiapatit cangkang kepiting bakau (*Scylla serrata*)

2. GIC bahan core build up yang terdiri atas bubuk kaca kalsium fluoroaminosilikat yang larut dalam asam dan cairan gabungan polimer dan kopolimer asam poliakrilat.
3. Kekerasan bahan GIC merupakan Tingkat kekerasan mikro bahan GIC modifikasi hidroksiapatit cangkang keping yang diukur dengan menggunakan alat Micro Vickers Hardness Tester. Uji kekerasan dilakukan sebagai berikut: sampel ditempatkan pada meja alat *Micro Vickers Hardness Tester*, kemudian dilakukan indentasi pada permukaan sample menggunakan penekanan pyramid sesuai metode Vickers. Pertama, dilakukan pemasangan penetrator yaitu intan dengan sudut 126° dan ring mur pada alat. Kemudian, handwheel yang terdapat pada alat diputar secara perlahan hingga permukaan GIC bersentuhan dengan penetrator. Hasil pengukuran dapat dilihat pada layar monitor setelah 10 detik. Vickers Hardness Number (VHN) ditentukan melalui referensi tabel standar yang telah ditetapkan
4. Penyusutan bahan GIC merupakan Tegangan penyusutan polimerisasi bahan GIC telah dikaitkan dengan beberapa konsekuensi klinis yang tidak diinginkan, seperti perambatan retak enamel, defleksi titik puncak, celah marginal dan internal, dan penurunan kekuatan ikatan.
5. Kebocoran mikro merupakan suatu celah yang memungkinkan masuknya bakteri, cairan, molekul dan ion antar sehingga mempengaruhi lamanya umur suatu restorasi.

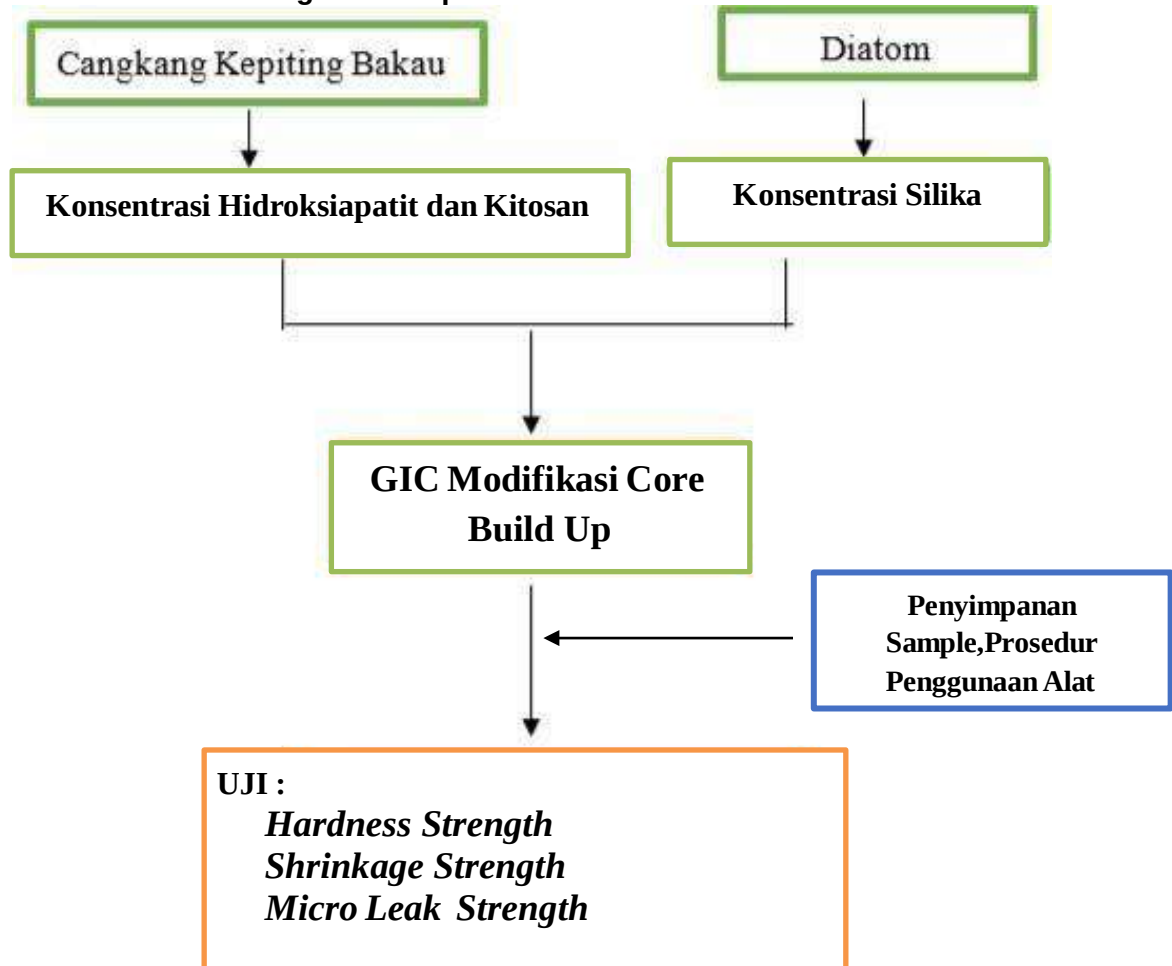
2.13 Analisis Data

Data kekerasan bahan terlebih dahulu dilakukan uji normalitas dengan menggunakan uji Saphiro Wilk. Apabila data terdistribusi normal dan homogen dapat dilakukan analisis Uji T atau One way Anova yang digunakan untuk melihat pengaruh Hardness Strength, Shrinkage Strength dan Micro Leak Strength dari delapan kelompok pada penelitian ini. Kalau ada data tidak terdistribusi Normal maka dilakukan uji non parametrik misal nya Mann-whitney

2.14 Alur Penelitian



2.15 Kerangka Konsep



 = Variabel Independen

 = Variabel Dependen

 = Variabel Kendali