

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Prevalensi karies gigi di Indonesia yang mencapai 57,6% menunjukkan urgensi penanganan klinis yang efektif, terutama untuk mencegah kerusakan gigi yang lebih parah pada kelompok usia muda. Sebagai upaya pencegahan dan perbaikan struktur gigi yang rusak, prosedur restorasi dilakukan dengan membuang jaringan karies dan menggantinya dengan bahan pengisi. Di antara berbagai pilihan yang ada, *Glass Ionomer Cement* (GIC) menjadi bahan restorasi adhesif sewarna gigi yang paling populer dan umum digunakan dalam praktik kedokteran gigi, khususnya untuk merestorasi gigi sulung, karena ketersediaannya yang luas di pasaran.¹

Meskipun GIC menjadi pilihan utama berkat sifat biokompatibilitas dan kemampuannya melepas ion fluorida, penggunaan klinisnya masih menghadapi kendala serius terkait keterbatasan sifat mekanis. Masalah utama seperti retensi yang rendah dan kerentanan terhadap fraktur sering kali menyebabkan restorasi terlepas atau gagal sebelum waktunya. Oleh karena itu, modifikasi GIC melalui penambahan material penguat menjadi sangat krusial untuk memperbaiki struktur kimia dan ketahanan mekanis material tanpa mengurangi efektivitas pelepasan fluorida. Upaya pengembangan ini diharapkan dapat menekan angka kegagalan klinis sehingga memberikan hasil restorasi yang lebih kuat dan tahan lama bagi pasien.^{2,3,4}

Glass Ionomer Cement (GIC) atau semen polialkenoat adalah semen berbasis air yang umum digunakan dalam prosedur kedokteran gigi klinis sebagai bahan restorasi. Semen ini memiliki sifat-sifat yang hebat seperti pelepasan ion fluorida, biokompatibilitas yang baik, kemudahan penggunaan, dan *sifat osteokonduktif yang hebat*. *Glass ionomer Cement* (GIC) merupakan salah satu bahan restoratif gigi yang paling populer, tetapi penggunaannya terbatas karena kelemahan klinisnya.^{5,13}

Formulasi komersial glass ionomer cement pertama kali diperkenalkan pada tahun 1970-an namun gagal menarik perhatian dokter gigi di Amerika Utara. Kegagalan menarik perhatian ini karena bahan-bahan tersebut memiliki waktu pengerasan yang lama, rentan terhadap pelarutan dan pengeringan selama pengerasan, dan memiliki ketahanan aus yang kurang baik, serta kekuatan fraktur yang rendah setelah mengeras. Terlepas dari keuntungan glass ionomer pertama termasuk pelepasan dan penyerapan ion fluorida oleh email dan dentin, koefisien ekspansi termal yang mirip dengan struktur gigi, ikatan kimia pada email dan dentin, replikasi warna gigi, dan biokompatibilitas, dokter gigi tidak mudah mengaplikasikan bahan tersebut.⁶

Glass Ionomer Cement (GIC), khususnya Tipe 9 yang dikenal sebagai material *high-viscosity*, merupakan bahan restorasi yang luas digunakan dalam kedokteran gigi karena karakteristik uniknya. Keunggulan utama GIC terletak pada sifat biokompatibilitas yang tinggi, toksisitas yang rendah, serta kemampuannya untuk berikatan secara kimiawi dengan struktur gigi maupun logam dasar. Selain itu, GIC memiliki nilai estetika karena warnanya yang menyerupai gigi asli dan memiliki koefisien ekspansi termal yang selaras dengan email. Fitur yang paling krusial adalah kemampuan GIC dalam melepaskan ion

fluorida secara berkelanjutan, yang memberikan efek antikariogenik dengan menghambat pertumbuhan bakteri penyebab karies.⁷

Meskipun memiliki berbagai keunggulan klinis, GIC konvensional memiliki kelemahan pada aspek mekanis yang membatasi indikasi penggunaannya. Material ini cenderung memiliki kerapuhan yang tinggi, porositas yang signifikan, serta ketahanan aus (*wear resistance*) yang rendah. Sifat mekanis yang kurang baik ini membuat GIC rentan terhadap fraktur, terutama jika diaplikasikan pada area yang menerima beban kunyah besar. Keterbatasan inilah yang memicu perlunya inovasi untuk meningkatkan performa mekanis GIC tanpa mengurangi sifat bioaktifnya.^{8,9}

Sebagai upaya untuk meminimalisir keterbatasan mekanis pada material restorasi, integrasi bahan bioaktif ke dalam dental material menjadi salah satu solusi potensial. Di antara klasifikasi biomaterial, hidroksiapatit (HA) yang termasuk dalam kelompok keramik dipandang sebagai kandidat yang menjanjikan karena kemiripan strukturalnya dengan komponen mineral alami gigi. Penambahan HA dalam bentuk partikel nano ke dalam matriks *Glass Ionomer Cement* (GIC) diharapkan tidak hanya mampu memperbaiki ketahanan aus melalui peningkatan reaktivitas asam-basa, tetapi juga berpotensi mengoptimalkan pelepasan ion fluorida. Hal ini didasari oleh karakteristik luas permukaan partikel nano yang besar, yang secara teoretis dapat memfasilitasi pertukaran ion yang lebih aktif dibandingkan GIC konvensional. Oleh karena itu, penggunaan nanohidroksiapatit diprediksi dapat meningkatkan performa fisikokimia GIC seiring dengan penyesuaian konsentrasi berat yang ditambahkan.¹⁰

Hidroksiapatit dikenal luas sebagai biokeramik dengan biokompatibilitas yang sangat baik. Hidroksiapatit juga berasal dari sumber alami memiliki berbagai jenis sumber kalsium dari alam yang dapat digunakan untuk sintesis hidroksiapatit. Beberapa sumber yang akan dibahas antara lain tulang sapi, tulang ikan, cangkang hewan laut, dan cangkang telur. Tulang sapi mengandung kalsium fosfat hingga 58,3%. Dengan demikian, tulang sapi dapat disintesis menjadi hidroksiapatit karena mengandung senyawa utama hidroksiapatit yaitu kalsium dan fosfat.^{11,12}

Penelitian mengenai Hidroksiapatit dan GIC terus berkembang dari waktu ke waktu, berdasarkan penelitian penggabungan antara Hidroksiapatit dan GIC tipe IX tidak hanya meningkatkan sifat fisik khas GIC tetapi juga meningkatkan kekuatan ikatan dan meningkatkan pelepasan ion fluoride, yang dianggap sangat penting dalam pengembangan bahan GIC sehingga dalam tesis akan membahas mengenai lebih dalam penggabungan antara GIC tipe IX dan Hidroksiapatit.^{7,13}

1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas rumusan masalah yaitu :

- 1.2.1** Bagaimana analisis pelepasan ion fluoride hidroksiapatit tulang sapi sebagai biomaterial pada GIC tipe IX ?
- 1.2.2** Bagaimana analisis ikatan kimia hidroksiapatit tulang sapi sebagai biomaterial pada GIC tipe IX?

1.3. Tujuan dan Manfaat

1.3.1. Tujuan Umum

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan analisis pemanfaatan hidroksiapatit tulang sapi sebagai biomaterial pada GIC tipe IX

1.3.2. Tujuan Khusus

Tujuan khusus penelitian ini adalah sebagai berikut:

- Untuk menganalisis pelepasan ion fluoride pencampuran hidroksiapatit dari tulang sapi dengan GIC tipe IX
- Untuk menganalisis ikatan kimia pencampuran hidroksiapatit dari tulang sapi dengan GIC tipe IX

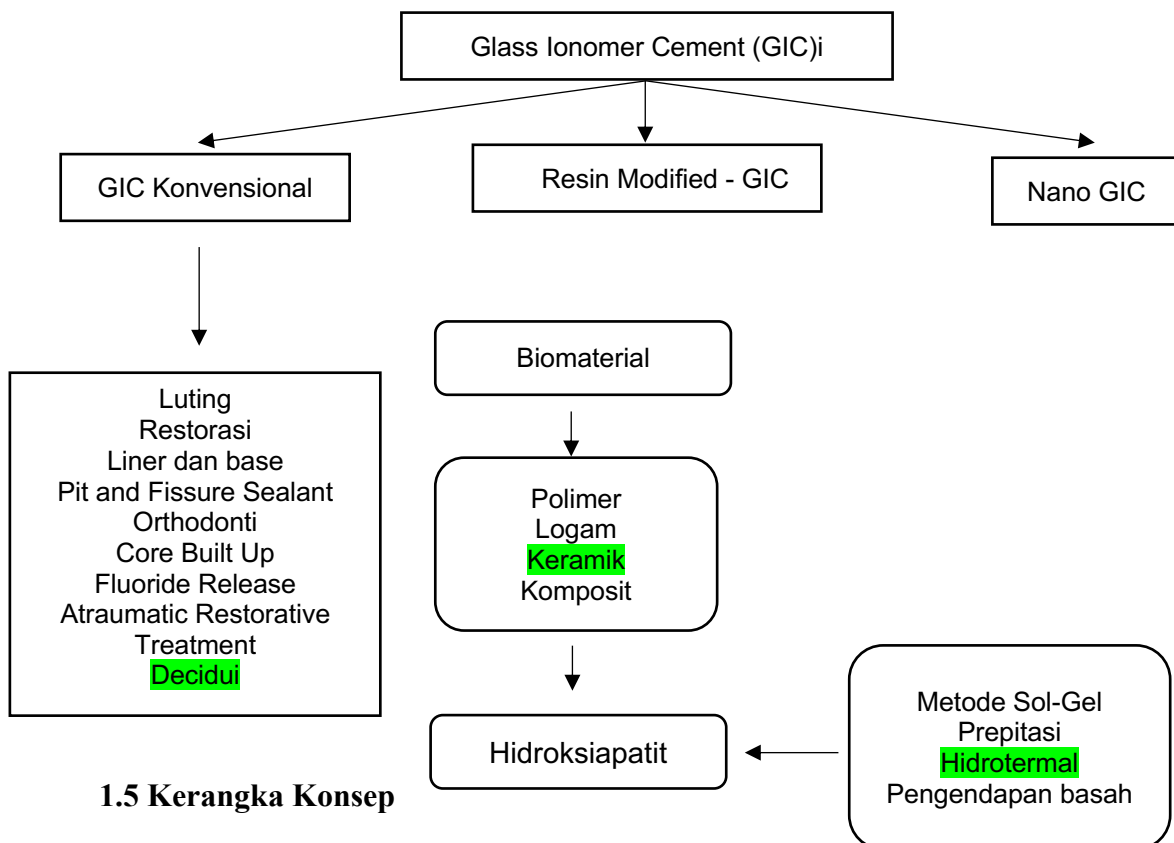
1.3.3. Manfaat Teoritis

- Hasil penelitian ini diharapkan dapat melengkapi database potensi pemanfaatan limbah tulang sapi, sehingga dapat digunakan sebagai pedoman pada penelitian selanjutnya.
- Memberikan sumbangan terhadap perkembangan ilmu pengetahuan khususnya di bidang *dental material*.

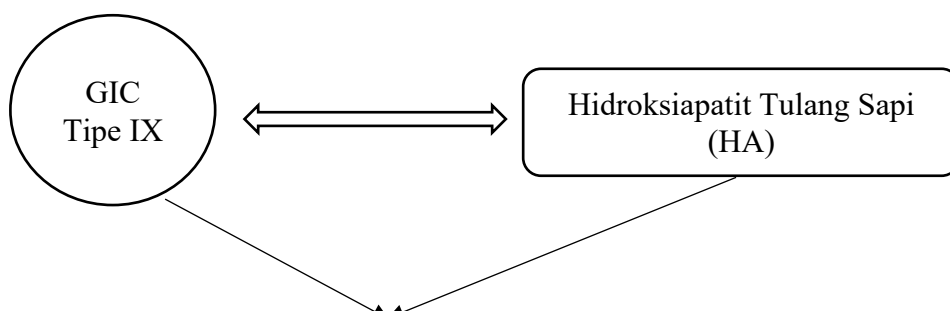
1.3.4. Manfaat Praktis

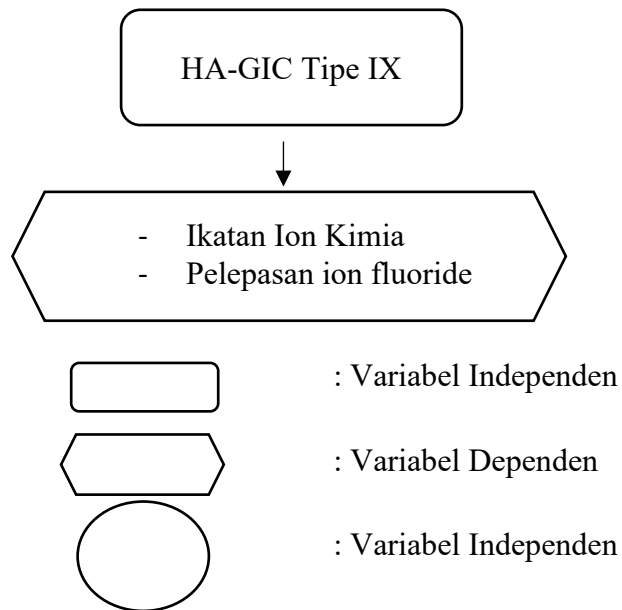
- diharapkan dapat memberikan informasi tentang potensi limbah tulang sapi sebagai suatu biomaterial yang dapat digunakan sebagai base yang baik.
- Memberdayakan pemanfaatan limbah tulang sapi sehingga dapat meningkatkan nilai ekonomis dan optimalisasi pemanfaatan limbah tulang sapi di bidang dental material kedokteran gigi

1.4. Kerangka Teori



1.5 Kerangka Konsep





1.6 Hipotesis Penelitian

Berikut merupakan hipotesis dari penelitian :

- a. Penggabungan HA Hidroksiapatit dengan GIC Tipe IX dapat meningkatkan pelepasan ion fluoride
- b. Penggabungan HA Hidroksiapatit dengan GIC Tipe IX tidak meningkatkan pelepasan ion fluoride
- c. HA Hidroksiapatit tulang sapi memiliki ikatan yang baik dengan GIC tipe IX
- d. HA Hidroksiapatit tulang sapi tidak memiliki ikatan kimia yang baik dengan GIC tipe IX

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Tulang Sapi

Sapi merupakan hewan yang paling banyak dipelihara di Indonesia, dengan jumlah sapi yang dipotong pada tahun 2011 sebanyak 1.519.178 ekor. Banyaknya amputasi sesuai dengan jumlah bahan limbah yang dihasilkan, termasuk tulang.¹⁶ Tulang bagian sangat penting dalam sistem tubuh, termasuk hewan seperti sapi, yang memiliki fungsi sebagai menopang dan membentuk tubuh. Tulang merupakan salah satu jaringan tubuh yang kompleks bersifat kuat, kaku dan keras yang berfungsi, sebagai sistem penggerak, penunjang, pelindung organ tubuh, penyimpan mineral dan energi serta penghasil sel darah merah.¹⁷ Tulang yang dibuang sebagai sisa makanan pada dasarnya adalah limbah biomassa. Secara kimiawi, tulang sapi mengandung unsur seperti kalsium dan fosfor. Kandungan kalsium pada tulang sapi sangat tinggi yaitu 37% dan fosfat 18,5%, kalsium pada tulang sapi ini mengandung 7,07% berupa senyawa CaCO_3 , 1,96% berupa senyawa CaF_2 , 2,09% berupa senyawa $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$, dan 58,30% berupa senyawa Ca_3PO_4 . Kandungan kalsium dan fosfornya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku utama sintesis biokeramik hidroksiapatit. Selain itu tulang sapi mengandung karbon cukup banyak, diantaranya +35% merupakan senyawa organik.^{17,18}

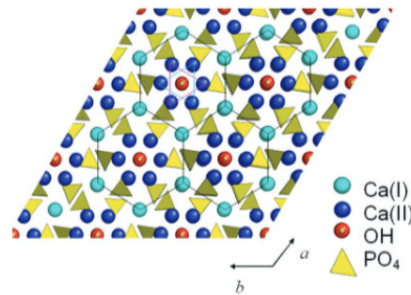
Kandungan tulang sapi juga kurang lebih 50% air, 50% sumsum tulang, dan 96% lemak. Tulang yang dihilangkan lemaknya tersusun dari bahan organik dengan perbandingan 1: 2 senyawa organik yang ditemukan dalam tulang disebut ossein, yang dapat menghasilkan gelatin saat dimasak atau diekstraksi. Pada dasarnya tulang sapi sama dengan tulang lainnya dan kandungannya hampir sama dengan tulang lainnya. Tulang sapi dewasa mengandung 20% air, 45% abu, dan 35% senyawa organik.³ Tulang sapi terdiri dari 93% HA dan 7% β -tricalcium phosphate ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, β -TCP). Zat anorganik yang menyusun tulang sapi tersusun atas unsur Ca, P, O, H, Na, dan Mg. Reaksi kimia antara unsur Ca, P, O, dan H membentuk senyawa apatit, serta Na dan Mg bersifat anorganik. Zat-zat penyusun tulang sapi dan titik leleh tulang sapi. Suhu mencapai 1227°K (953.85°C).¹⁹

B. Hidroksiapatit

Hidroksiapatit adalah salah satu fase kalsium fosfat yang paling stabil dan memiliki stabilitas tinggi, juga merupakan komponen utama tulang dan gigi manusia. Hidroksiapatit (HA) senyawa kalsium fosfat yang mengandung hidroksida memiliki rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ dan merupakan bahan keramik. Hidroksiapatit mencakup hingga 69% berat tulang murni dan merupakan senyawa paling stabil dalam cairan tubuh. Struktur kristal HA dibagi menjadi dua kelompok: monoklinik dan heksagonal. Secara umum, HA sintesis memiliki struktur kristal heksagonal. Strukturnya terdiri dari susunan tetrahedral gas PO_4 yang diikat oleh ion Ca. Jika HA yang terbentuk benar-benar stoikiometris dengan rasio Ca/P 1,67 dan densitas 3,19 g/ml, maka ditemukan struktur monoklinik. Rasio molar Ca/P juga mempengaruhi kekuatan HA yang disintesis. Makin tinggi rasio

molar Ca/P, makin besar kekuatannya. Mencapai nilai maksimum ketika rasio Ca/P sekitar 1,67 (HA stoikiometris) dan kemudian menurun tajam untuk rasio Ca/P di atas 1,67.¹⁹

Aplikasi HA dari tulang sapi banyak digunakan dalam pengobatan, termasuk pencangkokan tulang, penggantian tulang, perbaikan dan penambalan tulang, dan perbaikan jaringan gigi.



Gambar 2.1 Struktur Kristal Hidroksiapatit

Hal ini dikarenakan HA mempunyai biokompatibilitas yang sangat baik dengan jaringan keras, dapat merekonstruksi jaringan tulang dan jaringan bagian dalam yang rusak dikarenakan sifat bioaktifnya, bersifat sangat osteokonduktif, tidak beracun, tidak bersifat inflamasi, dan bersifat imunogenik. Hidroksiapatit bahan yang sangat cocok digunakan dalam bidang kedokteran, terutama untuk tulang. Bahan ini memiliki kemampuan menyatu dengan tulang atau dapat melekat dan menyatu dengan tulang secara alami, sehingga sangat baik digunakan untuk perbaikan tulang yang rusak. Bahan ini dapat berinteraksi dengan jaringan tubuh yang hidup, sehingga tidak akan ditolak oleh tubuh. Seiring waktu, hidroksiapatit akan terurai dengan sendirinya, memberikan ruang bagi tulang baru untuk tumbuh.^{19,20}

1. Sifat Hidroksiapatit

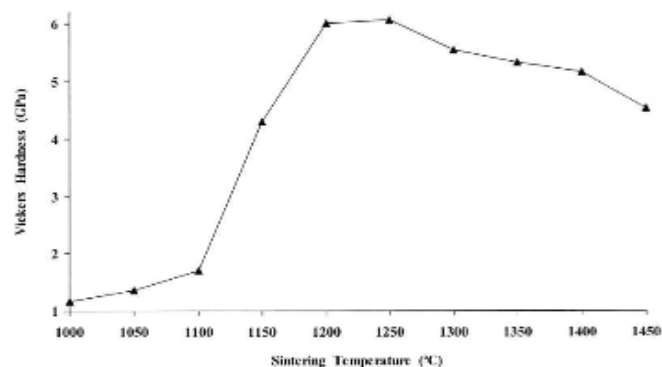
a. Sifat Mekanik

Hidroksiapatit biasanya ditanamkan dalam bentuk butiran atau *scallfold* berpori. Akan tetapi, HA tidak digunakan sebagai implan penahan beban karena sifat mekanisnya, yang membatasi penggunaannya. Untuk meningkatkan sifat mekanis HA merupakan tantangan besar bagi para ilmuwan sejauh ini. Penggunaan karbon nanotube dan berbagai oksida logam seperti alumina, zirconia, dan titania sebagai bahan penguat sangat umum. Akan tetapi, bahan penguat ini dapat membahayakan biokompatibilitas HA karena biasanya bersifat bioinert atau tidak biokompatibel. Di sisi lain, kumis atau serat HA dianggap memiliki sifat mekanik yang lebih baik tanpa mengorbankan biokompatibilitas, tetapi kumis HA tidak memiliki stabilitas termal karena mereka menghilang setelah sintering. Ada cara efektif lain untuk meningkatkan sifat mekanik HA, yaitu fabrikasi HA berukuran nano.

Keramik berukuran nano tampaknya memiliki sifat mekanik yang lebih tinggi dibandingkan dengan keramik berukuran mikro. Cara lain untuk meningkatkan sifat mekanik HA adalah membuat komposit dengan polimer dan agen pengikat silang.

Penelitian sebelumnya membuat *scallfold* seperti spons kitosan/HA menggunakan teknik pengeringan beku, dan hidroksi propil metil selulosa digunakan sebagai agen pengikat silang. Spons yang dibuat menunjukkan kekuatan kompresi dan elastisitas yang lebih baik termasuk dukungan sel yang baik dan degradabilitas yang menguntungkan. Arsitektur *scallfold* berpori juga berperan penting dalam menentukan kekuatannya. Karena kekuatan merupakan properti yang sangat penting terutama untuk *scallfold* yang digunakan untuk mengganti tulang penahan beban. Oleh karena itu, penting untuk merancang *scallfold* dengan hati-hati.²¹

Meskipun sifat mekanis yang lebih baik diinginkan, sifat mekanis HA tidak boleh melebihi tulang alami, tetapi lebih baik menirunya sedekat mungkin. Jika terdapat gradien besar dalam modulus elastisitas antara implan dan tulang asli, hal ini dapat menyebabkan apa yang disebut fenomena *stress-shielding*. Selama *stress-shielding*, beban yang diberikan pada implan selama pergerakan tidak ditransmisikan oleh tulang tetapi melalui implan yang kaku yang menyebabkan hilangnya tulang kortikal secara atrofi. Tulang memerlukan gerakan teratur dan beban tarik agar tetap sehat dan kekurangan ini menghambat proses regenerasi tulang. Suhu sintering, porositas, stokiometri Ca/P, kemurnian fasa, dan ukuran butiran partikel diyakini memengaruhi kekuatan benda HA. Penelitian juga menunjukkan bahwa kekerasan Vickers biasanya meningkat seiring dengan suhu sintering (dan ukuran butiran) hingga nilai kritis yang jika melampaui nilai tersebut akan menyebabkan kehilangan kekerasan yang parah. Hal ini disebabkan oleh dua fenomena, yaitu pertumbuhan partikel yang berlebihan dan dekomposisi termal HA. Salah satu kendala utama HA adalah ketangguhan frakturnya yang rendah dibandingkan dengan tulang kortikal kompak yang berarti HA berperilaku sebagai material yang relatif rapuh. Sifat mekanisnya juga berkurang pada implan berpori yang biasanya diperlukan untuk rekayasa jaringan tulang. Modulus elastisitas HA padat berada dalam kisaran yang sama dengan tulang kortikal, dentin, dan email, tetapi implan HA padat menunjukkan ketahanan mekanis sekitar ~100MPa, yang biasanya 3x lebih tinggi untuk tulang alami, dan ketahanan mekanis juga berkurang drastis dalam *scallfold* HA berpori. Karena kerapuhannya yang tinggi, penggunaan implan HA terbatas pada aplikasi yang tidak menahan beban seperti operasi telinga tengah, penambalan cacat tulang dalam kedokteran gigi atau ortopedi, serta pelapisan implan gigi dan prostetik logam.²²

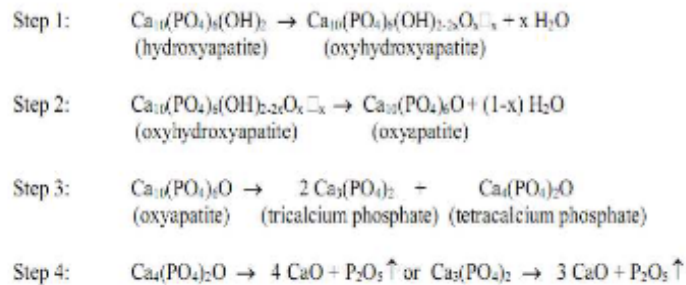


Gambar 2.2. Kekerasan Vickers dari bubuk HA

b. Sifat Fisik dan Thermal

Sifat fisik HA sangat bergantung pada sumber atau metode dari mana HA diperoleh atau disintesis, seperti yang telah kita bahas di bagian pertama. HA yang disintesis di laboratorium menunjukkan kristalinitas rendah dan luas permukaan tinggi dan dapat memiliki porositas tinggi tergantung pada metode pemrosesan yang digunakan. Di sisi lain, HA alami biasanya diperoleh dengan perlakuan panas tulang pada suhu yang lebih tinggi (biasanya 800 C), yang menghasilkan HA yang sangat kristalin. HA sinter yang diperoleh dari tulang sapi memiliki porositas dan struktur pori yang sesuai dengan tulang alami. Porositas dan keterbasahan HA ini membuatnya berguna untuk pemuatan obat. Garam kalsium fosfat yang paling stabil memiliki rasio molar Ca:P sebesar 1,67 dan biasanya mengendap pada atau di atas pH 10. Namun, apatit biologis dan sintetis berbeda dari rasio stoikiometri ideal karena substitusi.²¹

Sebelumnya telah didapatkan dengan baik bahwa HA mengalami ketidakstabilan fase pada suhu kalsinasi dan sintering yang tinggi. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk menyelidiki dekomposisi HA. Ada konsensus bahwa ketidakstabilan termal HA terjadi dalam proses 4 langkah yang melibatkan dehidroksilasi dan dekomposisi:²²



Gambar 2.3 langkah dekomposisi Hidroksiapatit

c. Sifat Biologis

Biokeramik HA telah banyak digunakan sebagai pengganti tulang buatan karena sifat biologisnya yang menguntungkan, yang meliputi: biokompatibilitas, bioafinitas, bioaktivitas, osteokonduksi, osteointegrasi, serta osteoinduksi (dalam kondisi tertentu). HA hanya mengandung ion kalsium dan fosfat dan oleh karena itu tidak ada toksisitas lokal atau sistemik yang merugikan yang telah dilaporkan dalam penelitian apa pun. Ketika ditanamkan, tulang yang baru terbentuk mengikat langsung ke HA melalui lapisan apatit yang kekurangan kalsium berkarbonasi pada antarmuka tulang/implant.

Terdapat kebutuhan klinis akan *synthetic bone graft* yang memiliki kemampuan untuk merangsang pertumbuhan tulang dan bertindak sebagai perancah tulang

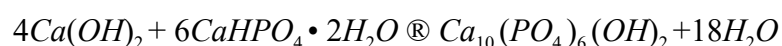
sementara. Jaringan fisiologis berinteraksi dengan bahan implan yang menentukan nasib implan dalam sistem hidup. Implan dapat gagal jika antarmuka tulang-implan dilonggarkan. Sebaliknya, kontak erat tulang dan implan serta interaksi kimia implan dengan tulang di sekitarnya dianggap sebagai implantasi yang menjanjikan dan berhasil. Oleh karena itu, evaluasi biomaterial apa pun untuk kinerjanya dalam organisme hidup atau kultur jaringan penting agar di masa mendatang, perilaku buruk biomaterial dapat dicegah. HA dianggap sebagai bahan yang ditoleransi dengan baik dalam studi *in vitro* dan *in vivo*.^{21,22}

2. Sintesis Hidroksiapatit

HA dapat disintesis secara kimia atau diekstraksi dari sumber alami. Penelitian sebelumnya telah melaporkan berbagai metode untuk mensintesis HA sintetis dan alami yang menyimpulkan bahwa HA sintetis dapat dibuat melalui berbagai metode termasuk metode kering (padatan dan mekanokimia), metode basah (presipitasi, hidrolisis, sol-gel, hidrotermal, emulsi, dan sono-kimia), dan proses suhu tinggi (pembakaran dan pirolisis). Dibandingkan dengan HA sintetis, HA alami bersifat non-stoikiometris karena mengandung unsur-unsur jejak seperti Na^+ , Zn^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Si^{2+} , Ba^{2+} , F^- , dan CO_3^{2-} yang membuatnya mirip dengan komposisi kimia tulang manusia.²⁰

Metode Hidrotermal

Dalam reaksi kimia normal, suhu reaktor dapat ditingkatkan hingga mencapai titik didih pelarut, yang pada titik tersebut reaksi dapat diatur ke refluks. Namun, jika tekanan autogenous ditingkatkan, suhu pelarut dapat dinaikkan di atas titik didihnya dalam wadah tertutup seperti panci presto. Bahan-bahan yang tidak larut dalam pelarut tertentu dapat dilarutkan dan direkristalisasi menggunakan teknik ini. Teknik yang disebutkan di atas disebut proses hidrotermal batch ketika air digunakan sebagai pelarut. Hidro berasal dari kata *hydra* yang berarti air dan *termal* berarti terkait dengan panas. Dalam reaksi hidrotermal yang umum, larutan kalsium dan fosfat direaksikan pada tekanan dan suhu yang sangat tinggi untuk menghasilkan partikel HA. Berbagai garam kalsium dan fosfat awal telah dilaporkan, dan ini termasuk kalsium hidroksida, kalsium nitrat, kalsium karbonat dan kalsium klorida; dan kalsium hidrogen fosfat dan dikalium dan diammonium hidrogen fosfat. Reaksi biasanya dilakukan dalam kisaran 60–250°C selama 24 jam untuk menghasilkan kristal HA kristal yang biasanya menggumpal.^{21,22}



Nanopartikel HA, nanorod, dan nanowhisiker telah dilaporkan dengan metode hidrotermal.

C. Glass Ionomer Cement (GIC)

Semen ionomer kaca (GIC) atau semen polialkenoat adalah semen berbasis air yang umum digunakan dalam prosedur kedokteran gigi klinis sebagai bahan restorasi. Semen ini memiliki sifat-sifat yang hebat seperti pelepasan ion fluorida, biokompatibilitas yang baik, kemudahan penggunaan, dan sifat osteokonduktif yang hebat. Semen ionomer kaca (GIC) merupakan salah satu bahan restoratif gigi yang paling populer, tetapi penggunaannya terbatas karena kelemahan klinisnya.

1. Komposisi *Glass Ionomer Cement* (GIC)

GIC terdiri dari asam polimer, kaca yang dapat terionisasi, dan air. Campuran komponen-komponen ini mengalami pengaturan reaksi, di mana asam akan dinetralkan oleh bubuk kaca. Beberapa penelitian membahas asam polialkenoat digunakan sebagai polimer dalam sintesis GIC. Dua jenis asam polialkenoat dapat digunakan, yaitu asam poliakrilat homopolymer atau kopolimer 2% asam akrilik dan asam maleat.⁶

2. Kelebihan dan Kekurangan *Glass Ionomer Cement* (GIC)

Formulasi komersial glass ionomer pertama kali diperkenalkan pada tahun 1970-an namun gagal menarik perhatian dokter gigi di Amerika Utara. Kegagalan menarik perhatian ini karena bahan-bahan tersebut memiliki waktu pengerasan yang lama, rentan terhadap pelarutan dan pengeringan selama pengerasan, dan memiliki ketahanan aus yang kurang baik, serta kekuatan fraktur yang rendah setelah mengeras. Terlepas dari keuntungan glass ionomer pertama termasuk pelepasan dan penyerapan ion fluorida oleh email dan dentin, koefisien ekspansi termal yang mirip dengan struktur gigi, ikatan kimia pada email dan dentin, replikasi warna gigi, dan biokompatibilitas, dokter gigi tidak mudah mengaplikasikan bahan tersebut.⁹

Glass ionomer cement (GIC) material restoratif yang memiliki beberapa kelebihan, termasuk antikariogenik karena memiliki sifat melepaskan fluoride, biokompatible, memiliki warna alami mirip dengan warna gigi asli dan toksisitas rendah, namun GIC memiliki kekurangan yaitu sifat mekanis kurang baik seperti fraktur rendah dan memiliki ketahanan aus yang rendah, kerapuhan dan porositas.²³

3. Teknik Manipulasi *Glass Ionomer Cement* (GIC)

Dalam memanipulasi bahan restorasi GIC ini dengan mencampurkan *liquid* dan *powder*. Prosedur pengadukan bubuk dicampurkan ke dalam cairan dan diaduk dengan cepatselama 30 – 60 detik tergantung produk dan konsistensi adonan yang didapat. Seperti halnya semua semen lainnya, sifat semen ionomer kaca Tipe I sangat dipengaruhi oleh faktor operasional. Rasio bubuk yang disarankan bervariasi berdasarkan merek, tetapi umumnya 1,25 : 1,5 gram bubuk per ml cairan. Membersihkan permukaan internal seperti pada semen *polikarboksilat* dapat meningkatkan hambatan aliran. Ionomer kaca seperti seng fosfat menjadi rapuh (mudah pecah) saat mengeras, jadi sementasi harus dilakukan sebelum semen kehilangan kilaunya. Setelah mengeras, kelebihan semen dapat dihilangkan dengan melonggarkan

atau mematahkannya dari tepi restorasi. Semen yang berlebih harus dihilangkan untuk mencegahnya melekat pada gigi atau permukaan gigi palsu. Semen ini sangat sensitif terhadap kontaminasi air selama pengerasan. Oleh karena itu, tepi restorasi harus dilapisi untuk mencegah kontak dini antara semen dengan cairan. Rasio bubuk terhadap cairan juga harus dipertimbangkan ketika bekerja dengan GIC. Biasanya sekitar 1,3 - 1,35 : 1. Pencampuran harus dilakukan dengan cepat dan gigi harus diisolasi terlebih dahulu. Untuk menghindari kelembaban, kalsium hidroksida paling baik digunakan untuk prostesis pulpa. Jika ketebalan dentin <0,5, setelah pengaplikasian semen, pernis digunakan untuk melindungi semen dari kelembaban.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah quasi-eksperimental dan desain penelitian adalah *Post test only with control group design*.

3.2. Lokasi Penelitian

1. Lokasi Penelitian

- a. Pembuatan hidroksiapatit dari tulang sapi dilakukan di ILAB Universitas Mulawarman Samarinda
- b. Pembuatan sampel pencampuran GIC Tipe IX dan hidroksiapatit di ILAB Universitas Mulawarman Samarinda
- c. Pengujian untuk mengukur pelepasan ion fluoride dengan Spektrofotometer UV VIS ILAB Universitas Mulawarman Samarinda
- d. Pengujian ikatan kimia pencampuran GIC Tipe IX dan hidroksiapatit dengan metode FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) di ILAB Universitas Mulawarman Samarinda

2. Waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April - Agustus tahun 2025

3.3. Variabel Penelitian

Variabel penelitian ini adalah sebagai berikut

Variabel Independen : Hidroksiapatit tulang sapi

Variabel Dependen : Pelepasan ion fluoride dan ikatan kimia hidroksiapatit dan GIC Tipe IX

3.4. Definisi Operasional Penelitian

1. Hidroksiapatit Tulang Sapi (HA)

Hidroksiapatit adalah material keramik bioaktif hasil sintesis dari jaringan keras tulang sapi bagian femur (paha) yang diproses menggunakan metode hidrotermal. Bahan ini digunakan sebagai bahan pengisi (*filler*) bioaktif dalam bentuk serbuk untuk memodifikasi bubuk GIC.

2. GIC Tipe IX

Glass Ionomer Cement adalah bahan restorasi kedokteran gigi jenis *high-viscosity* (viskositas tinggi) yang secara klinis diindikasikan untuk penumpatan gigi desidui, restorasi kelas I, dan teknik ART (*Atraumatic Restorative Treatment*).

3. GIC Tipe IX modifikasi Hidroksiapatit

Bahan restorasi yang diperoleh dari pencampuran bubuk GIC Tipe IX dengan serbuk hidroksiapatit tulang sapi menggunakan variasi konsentrasi sebesar 8%, 10%, 12%, dan 15% dari berat total bubuk. Penggabungan ini bertujuan untuk mengevaluasi pengaruhnya terhadap efektivitas pelepasan ion fluorida dan kekuatan ikatan ion pada material.

3.5. Populasi dan Sampel

Perhitungan besar sampel dalam penelitian ini menggunakan rumus Federer.

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

t = Jumlah kelompok perlakuan n = Jumlah ulangan

cara perhitungan besar sampel:

$$t = 2 \text{ kelompok Uji} \rightarrow (2-1)(n-1) \geq 15$$

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

$$n-1 = 15$$

$$n = 15+1$$

$$n = 16$$

Dalam penelitian ini terdapat 2 kelompok uji yang masing-masing kelompok terdiri dari 16 replikasi (n= 16).

3.6. Alat, Bahan, dan Cara Kerja

Alat

- a. Water jet
- b. Panci
- c. Kompor
- d. Autoklaf
- e. Oven/Tanur
- f. Magnetic Stirrer
- g. Seperangkat alat alat gelas
- h. Neraca Analitik
- i. Instrumen Plastik
- j. Pinset
- k. Object glass
- l. Inkubator
- m. Master Cast (Mould)
- n. Kertas saring

Bahan

- a. Tulang sapi bagian paha
- b. Aquades
- c. NaCl 0,9%
- d. NaOH 20%
- e. Metanol-Kloroform

Cara Kerja

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu

1. Persiapan penghilangan protein dan lemak dari tulang sapi
2. Sintesis hidroksiapatit tulang sapi dengan metode hidrotermal alkaline
3. Pembuatan bahan uji
 - a. Uji pengukuran pelepasan ion fluoride Spektrofotometer UV VIS
 - b. Uji ikatan kimia dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

3.7. Pengumpulan Data

3.7.1 Persiapan penghilangan protein dan lemak dari tulang sapi

- a. Tulang sapi yang dibeli dibersihkan dengan Water jet agar kotoran yang terlihat menempel dan zat sisa seperti tulang rawan sendi, ligamen dan jaringan yang menempel di tulang.
- b. Tulang yang sudah dibersihkan direbus menggunakan panci dalam aquades selama 4 jam (mengganti air rebusan setiap jam) untuk memudahkan pengangkatan sumsum tulang dan tendon.
- c. Setelah proses pembersihan, sampel tulang bersih dihilangkan lemaknya dengan melanjutkan perebusan dengan menggunakan otoklaf selama 30 menit dilanjutkan dengan perendaman dalam larutan methanol-kloroform 1:1
- d. Tulang kemudian di cuci bersih dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 24 jam untuk menghindari pembentukan jelaga di permukaan bahan selama perlakuan pemanasan.
- e. Setelah itu spesimen yang telah dikeringkan dipotong menjadi bentuk prisma kubik (10 mm 10 mm 10 mm) kemudian dikalsinasi dalam oven/Tanur pada suhu 900 °C dengan menggunakan laju suhu 5 °C / menit pada kondisi ambien.
- f. Temperatur dijaga selama 2 jam pada derajat yang sama untuk menghilangkan zat organik. Selanjutnya didinginkan hingga mencapai suhu kamar.

3.7.2 Sintesis Hidroksiapatit Tulang sapi dengan metode Hydrotermal alkaline

Proses hidrotermal alkaline dilakukan pada potongan tulang dengan menambahkan larutan NaOH 20% dilanjutkan dengan proses autoklaf selama 30 menit dan dilanjutkan dengan pengadukan dengan menggunakan magnetic stirrer pada suhu 100°C selama 5 jam. Tulang yang telah hancur berubah menjadi serbuk halus kemudian di saring dan dicuci sampai pH netral. Endapan Hidroksiapatit yang terbentuk di diamkan selama 24 jam pada suhu ruang kemudian endapan tersebut dikeringkan dengan oven pada suhu 60°C.

3.7.3 Pembuatan Bahan Uji

1. Uji pengukuran pelepasan ion fluoride dengan *Ion Selective Electrode*

- a) Grup kontrol bahan GIC Tipe IX yang di campur tanpa hidroksiapatit.

- b) Grup GIC Tipe IX dan hidroksiapatit yang digabungkan dan dimanipulasi dengan cara mengganti 8%, 10%, 12%, dan 15% massa bubuk GIC Tipe IX dengan hidroksiapatit
- c) Sampel yang dibuat dibentuk dengan berbentuk *disk* dengan cetakan plastic silindris untuk sampel kontrol dan Grup GIC Tipe IX dan hidroksiapatit 12 sampel dari 3 kali pengulangan
- d) Setiap sampel yang dihasilkan kemudian dilakukan perendaman didalam saliva buatan untuk dilakukan analisis
- e) Sampel yang telah diperoleh masing-masing dianalisis dengan Spektrofotometri Uv-Vis

2. Uji Ikatan kimia dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

- a) Grup kontrol bahan GIC Tipe IX yang di campur tanpa hidroksiapatit.
- b) Grup GIC Tipe IX dan hidroksiapatit yang digabungkan dan dimanipulasi dengan cara mengganti 8%, 10%, 12%, dan 15% massa bubuk GIC Tipe IX dengan hidroksiapatit
- c) Sampel yang dibuat dibentuk dengan berbentuk *disk* dengan cetakan plastic silindris sampel kontrol dan Grup GIC Tipe IX.
- d) Setelah itu di tunggu hingga setting atau mengeras selama ± 5 menit
- e) Setelah bahan setting ikatan bahan antara GIC IX dan hidroksiapatit yang telah dicampur di uji dengan dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

3.7.4 Pengolahan Data dan Analisis Data

Data yang telah lengkap akan dimasukkan dan diolah menggunakan program Statistical Package for Social Science (SPSS) V25.0. Sebelum dilakukan analisis utama, peneliti akan melakukan uji normalitas data dengan metode Shapiro-Wilk untuk memastikan sebaran data berdistribusi normal, dan uji homogenitas varians dengan Levene's Test untuk mengetahui apakah varians data antar kelompok adalah sama. Untuk menguji perbedaan rerata hasil antara tiga kelompok perlakuan atau lebih akan dianalisis menggunakan uji One-Way ANOVA. Nilai $p < 0,05$ akan dijadikan batas untuk menentukan adanya perbedaan yang signifikan secara statistik.