

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah eksperimental laboratoris.

B. Tempat dan Waktu penelitian

1. Lokasi

Penelitian dilakukan di Laboratorium Mikrobiologi Fakultas Kedokteran Universitas Muhammadiyah Yogyakarta, Laboratorium Diploma Teknik Mesin dan Industri Fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada Yogyakarta, Laboratorium Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gadjah Mada, Laboratorium Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

2. Waktu

Penelitian dilaksanakan pada bulan Oktober 2016 – Maret 2017.

C. Sampel Penelitian

Pada penelitian ini subyek yang digunakan adalah resin komposit nanosisal dan resin komposit *nanofiller* sintetik.

Penentuan jumlah sampel dapat dihitung dengan rumus (Lameshow dkk., 1997), dengan perhitungan sebagai berikut :

$$n = \frac{Z^2 \cdot 1-\alpha/2 \cdot \sigma^2}{d^2}$$

Keterangan :

n = jumlah sampel tiap kelompok

Z = harga standar normal pada α tertentu yang digunakan dalam penelitian

σ = variansi populasi yang dapat diestimasi dari simpangan baku penelitian sejenis sebelumnya

d = presisi (normal 0,01 – 0,25)

Berdasarkan rumus tersebut, maka perhitungan besar sampel penelitian ini adalah :

$$Z = 1,96 (\alpha = 0,05 \rightarrow Z_{1-\alpha/2} = Z_{0,975} = 1,96)$$

$$\sigma = 0,135 \text{ (Sano dkk., 1994)}$$

$$d = 0,155 \text{ (Darmawangsa, 2005)}$$

$$\text{sehingga } n = 5,294000756 \rightarrow \text{dibulatkan menjadi } 5$$

D. Identifikasi Variabel Penelitian

1. Variabel pengaruh :
 - Volume *filler* wt% nanosisal.
2. Variabel terpengaruh
 - Kekuatan *Flexural* pada resin komposit *nanofiller* dan resin komposit nanosisal.
3. Variabel terkendali :
 - a. Jenis bahan : serat sisal (*Agave Sisalana*)
 - b. Jenis *curing* unit : tungsten halogen
 - c. Matriks resin komposit : Bis-GMA
 - d. Panjang gelombang sinar : 450 nm
 - e. Jarak penyinaran : selapis selluloid strip
 - f. Lama penyinaran : 40 detik
 - g. Pengukuran kekuatan *flexural* : ukuran sampel uji *flexural* (panjang: 25 x lebar: 2 x tinggi: 2 mm) sesuai dengan standar ukuran sampel ADA spesification No. 27
 - h. Perhitungan volume *filler* masing-masing kelompok :

$$\text{Ppm berat (wt)} = (\text{wt\%} \times \text{berat jenis} \times 1000) / 10.000 = (\text{mg/kg})$$

Diketahui berat jenis sisal adalah 45 mg untuk sampel 60%, 76 mg untuk sampel 65% dan 100 mg untuk sampel 70%.

1) Ppm berat (wt) untuk sampel 60% adalah :

$$\begin{aligned} \text{Wt \%} &= \left(\frac{60}{100} \times 45 \times 1000\right) / 10.000 \\ &= \frac{27000}{10000} = 2,7 \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = 0,0027 \text{ g (dibulatkan 0,003 g)} \end{aligned}$$

2) Ppm berat (wt) untuk sampel 65% adalah

$$\begin{aligned} \text{Wt \%} &= \left(\frac{65}{100} \times 76 \times 1000\right) / 10.000 \\ &= \frac{49400}{10000} = 4,94 \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = 0,0049 \text{ g (dibulatkan 0,005 g)} \end{aligned}$$

3) Ppm berat (wt) untuk sampel 70% adalah

$$\begin{aligned} \text{Wt \%} &= \left(\frac{70}{100} \times 100 \times 1000\right) / 10.000 \\ &= \frac{70000}{10000} = 7 \frac{\text{mg}}{\text{kg}} = 0,007 \text{ g} \end{aligned}$$

4. Variabel Tak Terkendali :

- Kelembaban
- Porusitas

E. Definisi Operasional

- a. Resin komposit adalah bahan restoratif yang berwarna dengan gigi. Bahan resin komposit semakin digunakan dalam kedokteran gigi sebagai bahan restorasi (Fallis, 2015). Komponen dari resin komposit terdiri dari matriks polimer organik, partikel *filler* anorganik, *coupling agent*, dan bahan inisiator-aselerator (Powers & Sakaguchi, 2006).

- b. Material jenis sisal merupakan bahan yang ditambahkan pada resin komposit yang berfungsi sebagai material penguat. Pada penelitian ini menggunakan serat sisal (*Agave Sisalana*) yang berbentuk bundel (serat alam), serta diolah di laboratorium sehingga diperoleh bentuk nanosisal (Ahmad, 2011).
- c. Kekuatan gaya *flexural* merupakan kombinasi dari gaya tarik dan kompresi (Mozartha dkk., 2010). Kekuatan *flexural* mempunyai kemampuan maksimal dari suatu bahan untuk menekuk hingga bahan tersebut patah (Wang dkk., 2003). Uji kekuatan *flexural* menggunakan *universal testing machine* dalam satuan N/mm^2 (MPa) (Mosharraf & Givechian, 2012).

F. Instrumen Penelitian

- i. Bahan penelitian
 - a. Serat sisal (*Agave Sisalana*), Balai Penelitian Tanaman Pemanis dan Serat (Balittas), Malang, Indonesia.
 - b. Resin komposit nanofiller sintetis (Z350, 3M ESPE)
 - c. Ethanol
 - d. NaOH 6%
 - e. CH_3COOH 6%
 - f. Aquades steril
 - g. *Champorquinone*
 - h. Bis-GMA
 - i. TEGDMA
 - j. UDMA

ii. Alat Penelitian

- a. *Visible light cure* (LITEX 682, Dentamerica)
- b. Cetakan uji sampel *flexural* (panjang: 25 x lebar: 2 x tinggi: 2 mm) sesuai dengan standar ukuran sampel *ADA spesification No.27*
- c. *Magnetic stirrer* (IKA, C-MAG HS 7)
- d. Selluloid strip
- e. *Glass Plate* dan spatula
- f. Pinset dan plastis instrumen
- g. Condenser
- h. Timbangan digital (Mettler Toledo, AL-204)
- i. Mikropipet
- j. Cawan petri
- k. Tabung reaksi
- l. *Universal testing machine* (*Jinan Kason Testing Equipment, Model ASL-S*)
- m. Kertas penyerap air (*tissue*)
- n. Sonifikasi (*Cole-Parmer Ultrasonic Processor, Model CP 505, 500 Watts*)
- o. Tecator Grinder
- p. Oven
- q. SEM (*Scanning Electron Microscope*)
- r. *centrifuge* (HARRIER 18/80 Refrigerated Centrifuge, Model MSB080.CR1.K)

- s. Dialisis (SnakeSkin® Pleated Dialysis Tubing-3,500 MWCO)
- t. *Freeze Dryer* (Flex-Dry™ μ P Microprocessor Control, FTS Systems, Inc., USA)

G. Jalannya Penelitian

1. Pembuatan nanosisal

Serat sisal dipotong dengan Tecator *grinder* hingga didapatkan ukuran serat yang diinginkan. Serat tersebut direndam dengan NaOH pada suhu 80°C dan diaduk dengan *mechanical stirring* selama dua jam. Perlakuan ini dilakukan tiga kali untuk menghilangkan kandungan selain selulosa yang berasal dari serat. Tahap selanjutnya adalah *bleaching*.

Serat dicuci dengan air suling hingga bersih dari senyawa alkali. Selanjutnya, serat dilakukan *bleaching* dengan larutan *buffer asetat* (27 gram NaOH dan 75 mL glasial asam asetat, dan diencerkan dengan 1 L air suling) dan *aqueous* klorit (1,7 wt NaClO₂ pada air). Tahap *bleaching* dilakukan pada suhu 80°C selama 4 jam dan diaduk dengan *mechanical stirring* dan diulang sebanyak empat kali. Setiap tahap *bleaching* selesai, serat disaring dan dicuci dengan air suling. Selanjutnya, serat dikeringkan di oven bersuhu 60°C selama 24 jam. Serat yang telah kering digiling menjadi bubuk dengan alat Philips *grinder*. Hidrolisis asam bubuk serat dilakukan dengan cara perendaman 65 wt% pada suhu 50°C selama 50 menit dan diaduk dengan *mechanical stirring*. Suspensi dicairkan dengan balok es untuk menghentikan reaksi. Pencucian dilakukan oleh *centrifuge* (HARRIER 18/80 Refrigerated Centrifuge, Model MSB080.CR1.K) pada suhu 10°C dengan 5000 rpm

selama 30 menit. Dialisis (SnakeSkin® Pleated Dialysis Tubing-3,500 MWCO) terhadap air suling dilakukan untuk menghilangkan asam bebas pada dispersi. Dispersi nano-whisker yang sempurna didapatkan dengan tahap sonifikasi menggunakan *Cole-Parmer Ultrasonic Processor* (Model CP 505, 500 Watts). Disperse di saring dengan *fritted glass filter* No. 1 untuk menghilangkan agregat-agregat residu, dan selanjutnya adalah tahap *freeze-dried*. Tahap *freeze-dried* menggunakan Freeze Dryer (Flex-Dry™ μ Microprocessor Control, FTS Systems, Inc., USA) sehingga didapatkan nanosisal.

2. Pembuatan sampel (nanosisal komposit 60%, nanosisal komposit 65%, nanosisal komposit 70%, *nanofiller* sintesis komposit)

Nanofiller komposit diambil dari tube dengan menggunakan *plastis instrumen*, dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light cure* selama 40 detik, sehingga resin komposit mengeras dan disebut sebagai kelompok I.

Nanosisal semi padat seberat 75 gram dimasukkan dalam *magnetic stirrer* dengan hasil 0,003 gram nanosisal lalu dicampur dengan 0,5 gram Bis-GMA, 0,02 ml TEGDMA, 0,02 ml UDMA, 0,009 gram *Champorquinone*, sehingga diperoleh adonan nanosisal komposit 60% dan kemudian dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light cure* selama 40 detik. Hasil ini disebut sebagai kelompok II.

Nanosisal semi padat seberat 75 gram dimasukkan dalam *magnetic stirrer* dengan hasil 0,005 gram nanosisal lalu dicampur dengan 0,5 gram Bis-

GMA, 0,02 ml TEGDMA, 0,02 ml UDMA, 0,009 gram *Champorquinone*, sehingga diperoleh adonan nanosisal komposit 65% dan kemudian dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light cure* selama 40 detik. Hasil ini disebut sebagai kelompok III.

Nanosisal semi padat seberat 75 gram dimasukkan dalam *magnetic stirrer* dengan hasil 0,007 gram nanosisal lalu dicampur dengan 0,5 gram Bis-GMA, 0,02 ml TEGDMA, 0,02 ml UDMA, 0,009 gram *Champorquinone*, sehingga diperoleh adonan nanosisal komposit 70% dan kemudian dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light cure* selama 40 detik. Hasil ini disebut sebagai kelompok IV. Setelah itu sampel diberi tanda pada bagian tengah sampel untuk pengujian kekuatan *flexural* dengan menggunakan *universal testing machine*.

3. Uji Mekanis

Kelompok I, II, III dan IV dilakukan uji mekanis yaitu uji kekuatan *flexural*. Pengukuran kekuatan *flexural* dilakukan dengan menggunakan alat *universal testing machine* dengan kelajuan tekan 1mm/menit dan jarak antara kedua penyangga 20mm sesuai dengan standart ISO 10477 (Mosharraf & Givechian, 2012). Setiap sampel kemudian diberi penanda garis tengah dan ditempatkan pada alat sehingga alat menekan batang uji tepat pada garis tengah hingga fraktur. Setelah sampel mengalami fraktur maka *universal testing machine* akan menunjukkan nilai *force* maksimal yang dapat ditahan oleh sampel dalam satuan Newton (N). *Force* yang telah didapat kemudian dihitung dengan rumus, untuk mendapatkan nilai kekuatan *flexural*. Nilai

kekuatan *flexural* dinyatakan dalam satuan SI *megapascal* (Mpa) dan dapat diukur dengan menggunakan rumus Anusavice (2004) :

$$\sigma = \frac{3FL}{2bd^2}$$

Keterangan:

σ = kekuatan *flexural* (Mpa)
F = *Force* (N)
L = Jarak penahan (mm)
b = Lebar sampel (mm)
d = Tebal sampel (mm)

H. Analisis Data

Data dianalisis secara statistik menggunakan uji analisis varian satu arah (*oneway anova*) untuk melihat perbedaan besarnya nilai kekuatan mekanik pada tiap kelompok, jika data memenuhi persyaratan. Selanjutnya, data dianalisis dengan uji LSD untuk melihat besarnya perbedaan antara masing-masing kelompok.

I. Alur Penelitian

