

Pengaruh Substisusi Sebagian Bubuk Semen Ionomer Kaca Tipe II dengan Hidroksiapatit terhadap Kekerasan Permukaan

(The Effect of Substitution Type II Glass Ionomer Cement with Hydroxyapatite to the Surface Hardness)

Annisa Hanif Metanda¹, Hafiedz Maulana², Agus Sumono³

¹Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember

²Bagian Biomedik Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember

³Bagian Ilmu Kesehatan Gigi Dasar Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember

Korespondensi: Annisa Hanif Metanda. Email : annisa.hanif@gmail.com

ABSTRACT

Background: Glass ionomer cement is a biocompatible filling material which able to release fluoride and bond chemically to the tooth. However, its strength and wear resistance is limited, especially the surface hardness. The material are generally used on the low stress area due to the mechanical properties are low. Hydroxyapatite addition, as secondary filler, is one way to increase the mechanical properties. Hydroxyapatite can be synthesized from eggshell contained high calcium. **Objective:** to know the ability of hydroxyapatite addition to the surface hardness of type II glass ionomer. **Methods:** 24 disc-shaped of GIC samples (5mm in diameter and 2mm in height) were divided into 6 groups, 5 treatment groups (4%, 6%, 8%, 10% and 12% of hydroxyapatite from eggshell shell) and a control group. Surface hardness was measured by using Vicker's Microhardness Testing Machine. **Results:** There was significant difference between control and treatment groups, although there was similar hardness among the treatment groups. **Conclusions:** The addition of hydroxyapatite from the chicken egg shell enhanced the surface hardness of glass ionomer cement.

Keyword: Hydroxyapatite, surface hardness, glass ionomer cement

Pendahuluan

Semen Ionomer Kaca (SIK) merupakan campuran antara bubuk kaca fluoroaminosilikat dan larutan asam polikarboksilat yang salah satu kegunaan SIK adalah sebagai bahan restorasi (SIK tipe II).¹ Bahan restorasi SIK tipe II memiliki beberapa kelebihan yaitu dapat melekat pada enamel maupun dentin secara kimiawi, biokompatibel, ekspansi termalnya sama dengan struktur gigi dan dapat melepas fluor sehingga mencegah karies sekunder (antikariogenik).^{1,2} Namun disamping itu, SIK memiliki estetika yang kurang baik serta sifat fisik dan mekanis yang lebih rendah jika dibandingkan dengan resin komposit.^{3,4} SIK memiliki kekuatan dan daya tahan terhadap keausan yang terbatas sehingga

umumnya diindikasikan untuk restorasi pada *low-stress area*.⁵

Salah satu faktor yang mempengaruhi daya tahan terhadap keausan adalah kekerasan permukaan.⁶ Semakin tinggi nilai kekerasan permukaan maka resistensi terhadap goresan dan beban yang diterima oleh suatu restorasi semakin baik sehingga dapat bertahan lebih lama dalam rongga mulut.^{4,7}

Dalam rongga mulut terjadi proses pengunyahan dan lingkungan kimawi yang dapat mempengaruhi permukaan restorasi, dimana terjadi sekitar 300-700 siklus kontak oklusal per harinya.⁸ Hal ini dapat menyebabkan adanya *contact free area* (CFA), yaitu hilangnya kontak yang disebabkan

kehilangan material saat interaksi langsung dengan area antagonis. SIK memiliki nilai CFA 5 kali lebih tinggi dari amalgam dan 3 kali lebih tinggi dari komposit.⁹ Untuk memperbaiki hal tersebut maka kekerasan permukaan SIK perlu ditingkatkan.

Salah satu cara untuk meningkatkan sifat mekanis dari SIK adalah dengan penambahan hidroksiapatit sebagai *secondary filler*.¹⁰ Hidroksiapatit adalah salah satu senyawa kalsium fosfat dan digunakan sebagai biomaterial karena merupakan material keramik yang memiliki sifat stabil, tidak beracun, bioaktif dan biokompatibel.¹¹ Hidroksiapatit juga dapat digunakan sebagai bahan *bone graft* karena sifatnya yang osteokonduktif.¹² Sintesis senyawa hidroksiapatit dapat diperoleh dengan mencampurkan prekursor kalsium dengan prekursor fosfat.¹³

Cangkang telur ayam merupakan salah satu limbah potensi yang memiliki kandungan kalsium yang tinggi. Konstituen utama dari cangkang telur ayam adalah kalsium karbonat 94%, kalsium fosfat 1%, 4% senyawa organik dan 1% magnesium karbonat.¹⁴ Melihat dari kandungan tersebut, maka cangkang telur ayam memiliki peluang besar menjadi dasar untuk pembuatan hidroksiapatit.

Pada penambahan 8% hidroksiapatit dari cangkang telur ayam dapat menambah *compressive strength* SIK.¹⁵ Penambahan 8% hidroksiapatit dari cangkang telur ayam pada Semen Ionomer Kaca Modifikasi Resin (SMKR) juga meningkatkan kekuatan tekadan kekuatan tarik diametral.^{16,17} Berdasarkan uraian diatas, tujuan penelitian ini untuk melihat pengaruh penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur ayam terhadap kekerasan

permukaan dari semen ionomer kaca tipe II. Modifikasi bahan ini diharapkan dapat menambah ketahanan terhadap keausan semen ionomer kaca tipe II.

Metode Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan merupakan penelitian *experimental laboratories* dengan *the post test only control group design*.

Sintesis Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi

Sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur ayam ras dilakukan dengan metode presipitasi. Cangkang telur direndam selama 2 jam agar mudah dibersihkan dari membran yang menempel. Setelah bersih cangkang telur dikeringkan di udara terbuka pada siang hari selama 3 jam. Cangkang telur yang telah kering dihaluskan dan dikalsinasi dengan suhu 940°C selama 5 jam sehingga menghasilkan CaO.

Serbuk cangkang telur ayam dilarutkan dengan HNO₃ dan ditambahkan aquadest sampai 100 ml dalam labu erlenmeyer hingga konsentrasi 0,5 M. pH larutan diatur dengan menambahkan amonium hidroksida (NH₄OH) yang ditambahkan sebagai buffer. Kemudian (NH₄)₂HPO₄ 0,3 M dilarutkan dalam 100 ml aquades diatur pada pH 10 dengan penambahan buffer. Sintesis dilakukan dengan meneteskan larutan fosfat ke dalam larutan kalsium dengan suhu 40°C dan kecepatan 300 rpm selama 90 menit. Kemudian dilakukan aging selama 24 jam. Hasil presipitasi disaring dengan alat vacuum dan kertas *whatman* no.42 lalu cuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa amonium nitrat. Dilakukan pengeringan dengan suhu 110°C selama 5 jam dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu

900°C selama 5 jam menggunakan furnace.

Pembuatan Sampel

Sampel yang digunakan sebanyak 24 sampel berbentuk cakram dengan diameter 5 mm dan tinggi 2 mm. Sampel penelitian dibagi menjadi 6 kelompok yaitu SIK dengan penambahan hidroksiapatit 4%, 6%, 8%, 10%, 12% dan tanpa penambahan hidroksiapatit (kontrol). Sampel dicetak dalam cetakan yang terbuat dari acrylic sheet dengan tebal 2 mm yang dilubangi dengan diameter 5 mm dengan menggunakan bur. Tujuan tahap ini untuk membentuk lubang cakram. Sebelum digunakan, cetakan diberi Vaseline dan diletakkan diatas kaca datar yang diberi *celluloid strip*, selanjutnya dilakukan penimbangan SIK dan hidroksiapatit menggunakan timbangan digital sesuai tabel 1.

Bubuk dan cairan semen ionomer kaca fuji IX (untuk restorasi) diambil dengan perbandingan satu sendok takar bubuk dan satu tetetes cairan (3,4 g/1,0 g) diatas paper pad. Kemudian menggunakan spatula plastik bubuk SIK dibagi dua bagian sama rata. Bagian bubuk SIK yang pertama di campurkan ke dalam cairan kemudian diaduk selama 10 detik hingga merata, lalu

bagian bubuk SIK yang kedua di campurkan dan diaduk selama 15-20 detik dengan gerakan melipat untuk mendapatkan konsistensi yang tepat (GC Corporation, 2017). Hasil pencampuran tersebut dengan menggunakan plastis filling instrument dimasukkan ke dalam cetakan yang diletakkan diatas kaca datar hingga penuh, bagian atas di tutup dengan celluloid strip dan kaca datar. Fungsi cetakan agar didapatkan bentuk dan ukuran sampel yang sama. Setelah dimasukkan dalam cetakan ditunggu 15 menit hingga *setting*.

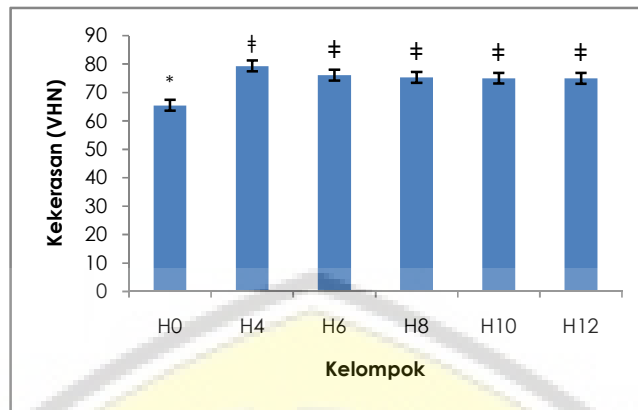
Setelah *setting*, sampel direndam dalam aquades dan disimpan dalam inkubator dengan suhu 37°C selama 24 jam. Setelah 24 jam, sampel dikeluarkan dari cetakan dan dilakukan uji kekerasan permukaan dengan menggunakan *Vicker's Microhardnes Testing Machine*. Uji kekerasan menggunakan pembebanan sebesar 200 gram selama 10 detik. Indentasi dilakukan pada dua titik yang berbeda, kemudian nilai kekerasan dari kedua titik tersebut diambil nilai reratanya.

Hasil penelitian dianalisis dengan menggunakan analisis varian yang dilanjutkan dengan uji perbandingan antar kelompok dengan tingkat kemaknaan 95%

Tabel 1. Massa SIK dan Hidroksiapatit yang Digunakan

Kelompok	Massa SIK awal (g)	Massa SIK yang digunakan (g)	Massa hidroksiapatit yang digunakan (g)
H0	1,057	1,057	0,000
H4	1,057	1,015	0,042
H6	1,057	0,993	0,063
H8	1,057	0,972	0,084
H10	1,057	0,951	0,105
H12	1,057	0,930	0,126

H0, SIK tanpa penambahan hidroksiapatit; H4, SIK dengan penambahan 4% hidroksiapatit; H6, SIK dengan penambahan 6% hidroksiapatit; H8, SIK dengan penambahan 8% hidroksiapatit; H10, SIK dengan penambahan 10% hidroksiapatit; H12, SIK dengan penambahan 12% hidroksiapatit



Gambar 2. Rata-rata Indeks Apoptosis.

Data yang tersaji merupakan nilai rata-rata dan simpangan baku; Data dianalisis dengan analisis varian dan multiple comparison; *, terdapat perbedaan signifikan antar kelompok perlakuan; ‡, hanya terdapat perbedaan yang bermakna dengan kelompok kontrol

Hasil Penelitian

Kelompok H4 merupakan modifikasi yang paling keras (79,34 VHN) dan kelompok H12 yang paling lunak (74,96). Hasil analisis statistic menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang bermakna antara kelompok kontrol dengan semua kelompok perlakuan (4%, 6%, 8%, 10%, 12%) ($P < 0.05$). Akan tetapi, antar kelompok perlakuan (4%, 6%, 8%, 10%, 12%) mempunyai tingkat kekerasan yang sama ($P > 0.05$).

Pembahasan

Hasil penelitian menunjukkan terdapat perbedaan yang bermakna rata-rata kekerasan antar kelompok kontrol dengan kelompok perlakuan. Hal ini kemungkinan penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur ayam ras pada SIK dapat meningkatkan kekerasan permukaan semen ionomer kaca tipe II. Mozharta menunjukkan bahwa penambahan 8% hidroksiapatit dari cangkang telur ayam ras mampu meningkatkan kekuatan tekan SIK. Peningkatan kekuatan tekan modifikasi SIK berhubungan dengan peningkatan reaksi asam-basa dan perubahan kepadatan struktur modifikasi bahan SIK dengan hidroksiapatit dari

cangkang kulit telur ayam ras.¹⁵ Selain itu, kekerasan modifikasi bahan ini dibentuk oleh adanya ikatan intermolekular yang kuat antar kedua bahan tersebut, yang mana kekerasan yang terbentuk akan mempengaruhi *ductility*, *elastic stiffness*, *plasticity*, *strain*, *strength*, *toughness*, *viscoelasticity* dan viskositas suatu bahan.¹⁸

Ikatan antara hidroksiapatit dengan SIK kemungkinan sama dengan ikatan yang antara SIK dengan struktur keras gigi. Ion poliakrilat SIK akan berinteraksi dengan ion mineral gigi.²⁰ Selain itu, terjadi ikatan kimia antara karboksilat polyacid dengan kalsium dari struktur gigi alami atau dari hidroksiapatit sintetis. Hasil observasi XPS hidroksiapatit menunjukkan bahwa permukaannya hidroksiapatit mengandung banyak kalsium dan rendah fosfor, dimana hasil ekstraksi menghasilkan lebih banyak kalsium dibanding fosfor. Hal ini memungkinkan karboksilat menggantikan ion fosfat (PO_4^{3-}) dari substrat dan meningkatkan ikatan ionik dengan ion kalsium hidroksiapatit.²¹

SIK bersifat basa baik pada bubuk dan liquid.²² Keadaan ini

akan menyebabkan kelarutan hidroksiapatit dalam SIK. Pada saat terlarut, ion kalsium dari hidroksiapatit akan terlepas.²⁰ Ion kalsium ini juga ikut berperan dalam proses setting SIK.² Pada saat setting tersebut, ion kalsium akan terlibat akan memicu pembentukan jembatan garam berupa *cross-linking* ion kalsium dengan SIK. Kemudian, hidroksiapatit akan teradsorpsi dalam matrix SIK dan mengisi kekosongan antar partikel kaca SIK yang diduga akan meningkatkan sifat mekanis SIK.²³

Aulia (2017) menunjukkan bahwa penambahan nanohidroksiapatit dengan konsentrasi 6%, 7%, 8%, 9% dan 10% pada SIK terbukti meningkatkan sifat fisik SIK, berupa kekerasan permukaan, kekuatan tekan dan presentase degradasi, terutama pada konsentrasi 8%. Selain itu, penambahan nanohidroksiapatit ini mampu memperkecil ukuran pori SIK, sehingga lebih padat. Pada penelitian sebelumnya juga menunjukkan penambahan hidroksiapatit dalam bentuk *whiskers* atau *granule* dapat memperbaiki kelenturan dan mikrostruktur SIK serta perlekatannya pada dentin. Adanya ikatan kimia yang terjadi antara kelompok karboksil polyacid dengan kalsium dari struktur gigi alami atau dari hidroksiapatit sintetis ditunjukkan oleh studi XPS hidroksiapatit, mengungkapkan permukaannya kaya akan kalsium dan fosfor menurun, menunjukkan bahwa fosfor telah diekstraksi pada tingkat yang relatif lebih tinggi daripada kalsium. Hal ini disebabkan kelompok karboksilat menggantikan ion fosfat dari substrat dan membuat ikatan ionik dengan ion kalsium hidroksiapatit

Penambahan serbuk porous hidroksiapatit akan meningkatkan sifat mekanis, pelepasan ion fluor dan antibakteri. Jadi penambahan

hidroksiapatit tidak hanya meningkatkan sifat mekanis, tapi juga meningkatkan sifat biologis, sehingga mampu mencegah terjadinya karies sekunder. Akan tetapi, hidroksiapatit ini memperlama waktu setting.^{24,25}

Berdasarkan Uji LSD, secara statistik terdapat perbedaan signifikan antara kelompok kontrol dan seluruh kelompok perlakuan namun antar kelompok perlakuan tidak terdapat perbedaan yang signifikan. Hal ini kemungkinan disebabkan ketika hidroksiapatit yang ditambahkan semakin banyak, ionomer yang ada tidak cukup untuk bereaksi secara efektif dan membentuk crosslink. Hidroksiapatit yang terlalu banyak, akan menyebabkan reaksi tidak berjalan secara efektif dalam tumpatan dan menghalangi kontak antar partikel, sehingga menurunkan sifat mekanis SIK.²⁶

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur ayam ras dengan konsentrasi 4%, 6%, 8%, 10% dan 12% dapat meningkatkan kekerasan permukaan semen ionomer kaca tipe II. Pengaruh penambahan hidroksiapatit terhadap kekerasan permukaan semen dalam rentang waktu yang lebih lama belum diketahui sehingga dibutuhkan penelitian lebih lanjut. Uji lanjutan seperti uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) untuk mengetahui karakteristik kristal hidroksiapatit serta uji untuk mengetahui reaksi kimia yang terjadi.

DaftarPustaka

1. Anusavice KJ, Chiayi SH, dan Ralph R. Phillips' Science of Dental Materials. Edisi XII. St. Louis: Elsevier Mosby; 2012.

2. Noort RV. Introduction to Dental Material. Edisi 4. Toronto: Elsevier Mosby; 2013.
3. Freedman G. Contemporary Esthetic Dentistry. St. Louis: Elsevier Mosby; 2012.
4. Sakaguchi R, Powers JM. Craig's Restorative Dental Materials. Philadelphia: Elsevier Mosby; 2012.
5. Heymann HO, Swift Jr EJ, Ritter AV. Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry. Edisi VI. Kanada: Mosby Elsevier; 2013.
6. Meizarini, Asti, Irmawati. Kekerasan permukaan semen ionomer kaca konvensional tipe II akibat lama penyimpanan. Maj. Ked. Gigi. (Dent. J.). 2005; 38(3): 146–150.
7. Wang L, D'Alpino PHP, Lopes LG, Pereira JC. Mechanical properties of dental restorative material: relative contribution of laboratory test. J Appl Oral Sci. 2003; 11(3): 162-7.
8. Mioche L, Hiimeae KM, Palmer JB. 2002 A posterior-anterior video fluorographic study of the intra-oral management of food in man. Arch. Oral. Biol. 2002; 47: 267–280.
9. Lohbauer U, Frankenberger R, Clare A, Petschelt A, Greil P. Toughening of glass ionomer cements by reactive glass fibers. Biomaterials. 2004; 25: 5217–5225.
10. Nicholson J, Czarnecka B. Material for Direct Restoration of Teeth. Cambridge: Elsevier; 2016.
11. Nascimento CD, Paulo J, Issa M, Oliveira, Rafael RD, Iyomasa MM, Siéssere S, Regalo SC. Biomaterials applied to the bone healing process. International Journal of Morphology 2007; 25(4) : 839.
12. Dutta SR, Passi D, Singh P, Bhuibhar A. Ceramic and non-ceramic hidroksiapatit as a bone graft material: a brief review. Irish Journal Medical Science. 2015; 184(1): 101-6.
13. Wardani NS, Fadli A, Irdoni. Sintesis hidroksiapatit dari cangkang telur dengan metode prasipitasi. JOM FTEKNIK. 2015; 2(1): 1-6.
14. Pankaew P, Hoonivathana E, Limswan P, Naemchanthara K. Temperature effect on kalsium phosphate synthesized from chicken eggshells and ammonium phosphate. Journal of Applied Sciences 2010;10(24): 3337-3342.
15. Mozartha M, Praziandithe M, Sulistiawati. Pengaruh penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur terhadap kekuatan tarik semen ionomer kaca. Jurnal B-Dent. 2015;(1): 75-81.
16. Callister WD. Materials Science and Engineering: An Introduction. 9th Edition. Content Technologies. 2017
17. Kisman AM. Pengaruh Penambahan Hidroksi Apatit dari Serbuk Cangkang Telur terhadap Kekuatan Tekan Semen Ionomer Kaca Modifikasi Resin (SIKMR). Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Muhammadiyah Surakarta; 2017.
18. Lusanita F. Pengaruh Penambahan Hidroksi Apatit dari Serbuk Cangkang Telur terhadap Kekuatan Tarik Diametral Semen Ionomer Kaca Modifikasi Resin (SIKMR). Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Muhammadiyah Surakarta; 2017.
19. Aulia R. Pengaruh Penambahan Hidroksiapatit pada Glass Ionomer Cement (GIC) terhadap Peningkatan Sifat Mekanik GIC sebagai Bahan Restotasi Gigi. Fakultas Sains dan

- Teknologi Universitas Airlangga; 2017.
20. Arita K, Milanita E, Lucas, Nishino M. The effect of adding hydroxyapatite on the flexural strength of glass ionomer cement. *Dental Materials Journal* 2003; 22 (2): 126-136.
 21. Yoshida Y, Meerbeek B V, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G2, Wakasa K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *Journal of Dental Research* 2000; 79(2): 709-714.
 22. Dorozhkin, Sergey V. Dissolution mechanism of calcium apatites in acids: A review of literature. *World J Methodol.* 2012; 1: 1-17.
 23. Moshaverinia A1, Ansari S, Moshaverinia M, Roohpour N, Darr JA, Rehman I. Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements (GIC). *Acta Biomater.* 2008; 2:432-40.
 24. Takako N, Yukari S, Yuko A, Saki K, Kenji A. Porous hydroxyapatite can improve strength and bioactive function of glass ionomer cement. *Nano Biomedicine.* 2016; 6(2): 53-62.
 25. Nicholson JW. The incorporation of hydroxyapatite into glass polyalkenoate ("glass-ionomer") cements: a preliminary study. *Journal of Materials Science: Materials In Medicine* 1993; 4: 4418-421.
 26. Barandehfard F, Kianpour Rad M, Hosseinnia A, Khoshroo K, Tahrii M, Jazayeri HM, Moharamzadeh K, Tayeri L. The addition of synthesized hydroxyapatite and fluorapatite nanoparticles to a glass-ionomer. *Ceramics International* 2016;1-41