

Original paper

MODIFIKASI ALUMIA(α -Al₂O₃) TERHADAP PERUBAHAN MORFOLOGI DAN KEKERASAN PADA GLAS IONOMER (GIC)

Putri Fatmawati, Priyono^{*}, Indras Marhaendrajaya I

Laboratorium Fisika Material, Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro

E-mail: priyonocp@gmail.com

Received: 13 Mei 2023; revised: 23 Juli 2023; accepted: 27 Juli 2023

ABSTRACT

Glass Ionomer Cement (GIC) merupakan salah satu bahan restorasi yang paling banyak digunakan, namun memiliki banyak kelemahan dalam sifat mekaniknya. Dalam penelitian ini diusulkan salah satu variasi material utama penyusun bubuk GIC untuk mengetahui pengaruhnya terhadap karakterisasi dan kekerasan GIC. Sampel yang diuji adalah GIC dengan variasi penambahan Al₂O₃ (alumia) sebanyak 0%, 2,5%, 5%, 7,5%, 10%, dan 12,5%. Selanjutnya bubuk GIC dicampur dengan cairan GIC sehingga berbentuk semen dan dicetak sampai mengeras. Sebelum sampel dicetak, terlebih dahulu dilakukan karakterisasi menggunakan *X-ray diffraction (XRD)*. Setelah sampel dicetak selanjutnya diuji menggunakan *scanning electron microscope–energy dispersive X-ray (SEM-EDX)* dan dilakukan uji kekerasan *vickers*. Hasil uji EDX menunjukkan lima senyawa penyusun GIC dengan persentase berat yang didominasi oleh SiO₂ sebelum divariasi dan Al₂O₃ setelah divariasi. Hasil SEM dari sampel GIC dengan penambahan Al₂O₃ sebanyak 12,5% menunjukkan morfologi permukaan yang lebih halus dan pori yang lebih sedikit serta warna yang lebih gelap dibandingkan dengan permukaan sampel GIC murni. Berdasarkan hasil XRD, penambahan variasi Al₂O₃ pada bubuk GIC menyebabkan terjadinya kenaikan fraksi berat Al₂O₃, kenaikan ukuran kristal serta terbentuknya struktur material kristalin. Hasil *refinement* menggunakan *software* EXPGUI-GSAS yang terbaik pada sampel GIC murni diperoleh nilai *chi square* (χ^2) = 1,086 dan nilai *wRp* = 0,1958 (19,58%) serta *Rp* = 0,1461 (14,61%). Nilai uji kekerasan *vickers* terbaik diperoleh pada sampel dengan variasi Al₂O₃ sebanyak 10% dengan nilai 116,27 HV. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa variasi Al₂O₃ dapat mempengaruhi karakterisasi dan kekerasan GIC.

Kata kunci : GIC, Al₂O₃, XRD, SEM-EDX, uji kekerasan vickers

ABSTRACT

Glass Ionomer Cement (GIC) is one of the most widely used restorative materials, but it has many weaknesses in its mechanical properties. In this study, a variation of one of the main ingredients of GIC powder is proposed to determine its effect on the characterization and hardness of GIC. The sample tested was GIC with variations in the addition of Al₂O₃ (alumia) as much as 0%, 2.5%, 5%, 7.5%, 10%, and 12.5%. Furthermore, GIC powder is mixed with GIC liquid so that it is in the form of cement and molded until it hardens. Before being printed, the samples were characterized by *X-ray diffraction (XRD)* and after being printed, they were tested for *scanning electron*

microscope–energy dispersive X-ray (SEM-EDX) and then tested for Vickers hardness. The results of the EDX test showed five compounds that make up GIC with the percentage by weight dominated by SiO₂ before being varied and Al₂O₃ after being varied. The SEM results of the GIC sample with the addition of 12.5% Al₂O₃ showed a smoother surface morphology and fewer pores and a darker color compared to the surface of the pure GIC sample. Based on XRD results, the addition of variations in Al₂O₃ in GIC powder causes an increase in the weight fraction of Al₂O₃, an increase in crystal size and the formation of a crystalline material structure. The results of the refinement using the EXPGUI-GSAS software were best on pure GIC samples obtained by the value of chi square (χ^2) = 1.086 and the value of wRp = 0.1958 (19.58%) and Rp = 0.1461 (14.61%). The best vickers hardness test value was obtained in the sample with 10% Al₂O₃ variation with a value of 116.27 HV. Thus, it can be concluded that the variation of Al₂O₃ can affect the characterization and hardness of GIC.

Keywords: GIC, Al₂O₃, XRD, SEM-EDX, Vickers hardness test

PENDAHULUAN

Glass Ionomer Cement (GIC) merupakan semen gigi yang paling banyak digunakan untuk bahan restorasi gigi. GIC diperkenalkan oleh Wilson dan Kent tahun 1971 [1]. GIC adalah nama generik dari sekelompok bahan yang menggunakan bubuk kaca silikat dan larutan asam poliakrilat [2].

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 [3]. Komposisi *powder* GIC bervariasi tergantung pada klasifikasi GIC berdasarkan aplikasi atau fungsinya. Menurut Tyas dan Burrow [4], komposisi GIC terdiri dari SiO₂ (35,2 - 41,9%), Al₂O₃ (20,1 - 28,6%), CaF₂ (15,7 - 20,1%), Na₃AlF₆ (4,1 - 9,3%), dan AlPO₄ (3,8 - 12,1%). Liquid GIC terdiri dari air dan asam poliakrilik dengan konsentrasi sebesar 40-50% dan kadangkala ditambah dengan asam fumarik [5].

Semen gigi GIC memiliki beberapa keunggulan diantaranya adalah kemampuan melekat pada enamel dan dentin tanpa ada

penyusutan, mempunyai sifat biokompatibilitas yang baik, serta memiliki koefisien ekspansi termal sama dengan struktur gigi [6]. Selain memiliki kelebihan, GIC juga memiliki beberapa kekurangan. Kekurangan semen gigi GIC dibandingkan dengan bahan restorasi lain adalah bersifat porus, permukaan restorasi yang kurang halus, tegangan permukaan antar komponen meningkat, dan perlekatan antar komponen lemah sehingga sifat mekanik GIC rapuh [7].

Salah satu cara untuk memperbaiki GIC adalah dengan penambahan komposisi alumina (Al₂O₃). Menurut penelitian Lee [8], pencampuran CaF₂ dan Al₂O₃ mampu menurunkan suhu pada saat sintering. Variasi komposisi alumina (Al₂O₃) diharapkan mampu memperbaiki sifat mikrostruktur dan makrostruktur semen gigi GIC. Hal tersebut dikarenakan proses fabrikasi, memiliki ketahanan korosi yang baik, memiliki ketahanan pemakaian yang cukup lama, memiliki sifat bioinert dan biokompatibilitas yang baik, serta memenuhi unsur estetika pada gigi tiruan [9,10]. Selain itu, alumina mampu meningkatkan kemampuan gelas untuk menyatukan ikatan kimia dengan jaringan gigi serta dapat meningkatkan kekuatan mekanik GIC [11].

METODE PENELITIAN

Sampel dibagi menjadi enam bagian dengan cara ditimbang menggunakan timbangan analitik. Sebelum digunakan, timbangan analitik terlebih dahulu dilakukan kalibrasi agar hasil pengukuran akurat dan tepat. Setiap sampel memiliki massa sebesar 2 gram. Semua sampel kecuali sampel yang pertama divariasi dengan serbuk Al_2O_3 berturut-turut sebanyak 0%, 2,5%, 5%, serta 7,5%.

Sampel GIC yang sudah divariasi dengan Al_2O_3 dihomogenkan menggunakan mesin *mixer milling 200 MM Retsch* dengan frekuensi 20 Hz selama 10 menit. *Mixer milling 200 MM Retsch* merupakan mesin yang dapat mencampur dan menghomogenkan bubuk hanya dalam beberapa detik.

Sebelum uji SEM-EDX, semua sampel yang sudah dicetak dihaluskan permukaannya menggunakan amplas secara berurutan yaitu 400, 1000, 1200, dan 1500 kemudian diuji kekerasannya dengan menggunakan mesin *Vickers Hardness Tester*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Komposisi sampel GIC dilakukan karakterisasi *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX). Pengujian EDX pada suatu titik/spot pada sampel menghasilkan keluaran dalam bentuk persentase berat unsur saja. Pengujian EDX ini dilakukan untuk memastikan kesesuaian senyawa yang terkandung dalam GIC dengan referensi yang telah ada atau tidak. Hasil uji komposisi dan

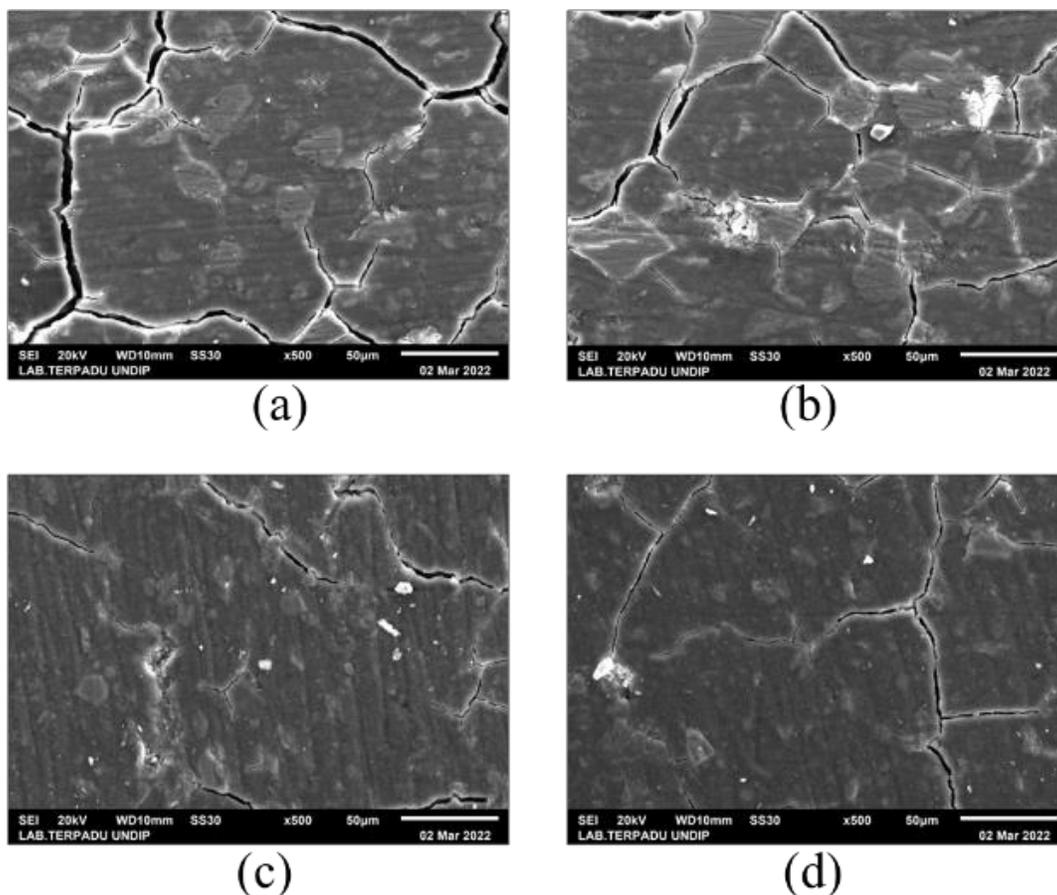
SEM dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 1.

Karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel GIC. Hasil SEM permukaan sampel dapat dilihat pada Gambar 1 yang bahwa sampel GIC- 5,0% dan 7,5% Al_2O_3 memiliki morfologi permukaan yang lebih halus dan sedikit pori dibandingkan dengan permukaan sampel GIC murni. Retakan-retakan *crack* terlihat lebih banyak pada sampel GIC murni dan pada komposisi Alunina yang lebih rendah. Retakan dan *crack* terjadi dimungkinkan karena adanya perbedaan temperatur. Retakan ini dikarenakan adanya gesekan yang cukup keras pada saat menghaluskan permukaan dengan amplas setelah semen dicetak. Retakan yang lebih sedikit menunjukkan bahwa sampel GIC- Al_2O_3 12,5% lebih kuat dan lebih tahan terhadap gesekan daripada sampel GIC murni.

Pada hasil SEM diperoleh hasil gambar hitam putih/gelap terang, hasil gambar hitam putih/gelap terang ini dipengaruhi oleh unsur penyusunnya. Unsur logam penyusun dengan nomor atom lebih tinggi akan menghasilkan warna yang lebih terang/putih daripada unsur logam penyusun dengan nomor atom yang lebih rendah. Ditinjau dari morfologi warna secara visual, penambahan Alunina memiliki dampak warna yang lebih gelap sedangkan pada GIC murni berwarna putih. Hal ini menandakan bahwa alumina dapat mengisi pori tetapi akan terbentuk reaksi pada saat pencampuran.

Tabel 1. Hasil uji GFraksi komposisi sampel GIC murni dan GIC-12,5% Al_2O_3 .

Komposisi	F	MgO	Al_2O_3	SiO_2	CaO
Kadar GIC Murni	22,96	1,22	33,44	32,11	10,26
GiC+7,5%	20,63	0,87	40,24	29,89	8,36



Gambar 1. Hasil uji SEM sampel GIC dengan penambahan Al_2O_3 (a) 0%, (b) 5% sdan (c) (7,5) serta (d) 12,5% Al_2O_3 .

Berdasarkan hasil XRD pada gambar 2, terjadi perubahan pola difraksi setelah penambahan material Al_2O_3 sebanyak 10% ke dalam sampel GIC murni. Pola difraksi yang dihasilkan sampel GIC murni tidak menunjukkan puncak-puncak difraksi. Hal ini mengindikasikan bahwa sampel GIC berupa material amorf yang mana struktur dan susunan atomnya tidak beraturan. Setelah penambahan Al_2O_3 sebanyak 10%, didapatkan pola difraksi dengan puncak-puncak tinggi dan tajam yang menandakan bahwa sampel tersebut memiliki kristalinitas tinggi dibandingkan dengan sampel GIC murni. Puncak-puncak fasa GIC- Al_2O_3 10%

muncul pada bidang refleksi (101), (104), (110), (200), (113), (204), (116), (214), (300), dan (502).

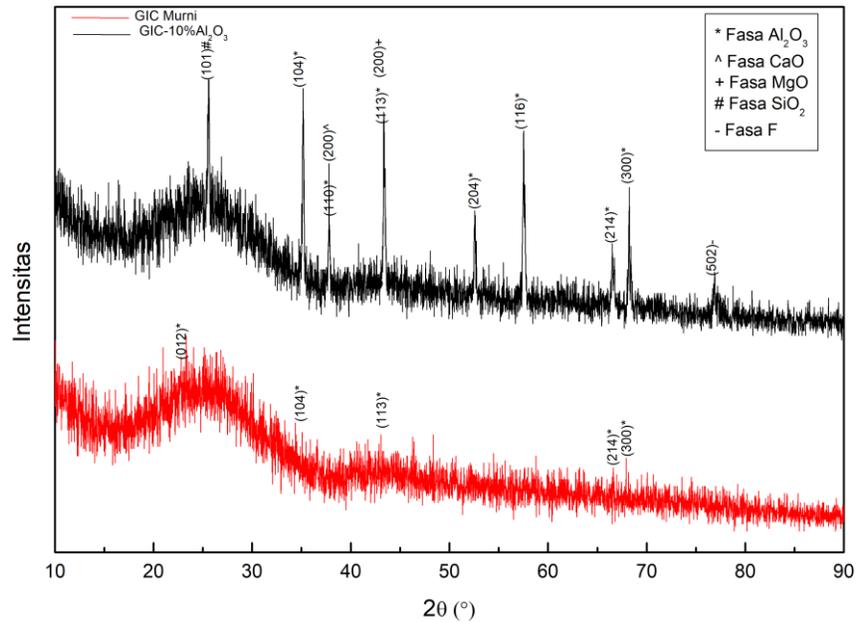
Puncak difraksi yang relatif lebar menunjukkan bahwa ukuran kristal GIC murni sangat halus. Ukuran kristal dalam penelitian ini ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer, sedangkan FWHM menggunakan bantuan *software* Origin.

Tabel 2 menunjukkan ukuran kristal dari masing-masing sampel GIC. Dari data tersebut, diperoleh nilai rata-rata ukuran kristal (D) sampel GIC murni yaitu sebesar 0,460 nm, sedangkan nilai rata-rata ukuran

kristal (D) sampel GIC- Al_2O_3 10% sebesar 4,559 nm. Hal ini mengindikasikan GIC murni memiliki ukuran kristal yang lebih kecil daripada GIC yang divariasi penambahan Al_2O_3 dengan selisih 4,099 nm. Hasil ini membuktikan bahwa material yang memiliki pola difraksi dengan puncak yang tinggi dan tajam menunjukkan bahwa material tersebut memiliki ukuran kristal yang lebih besar daripada material yang menghasilkan pola difraksi dengan puncak yang lebar. Semakin lebar puncak pola difraksi maka semakin kecil ukuran kristal

dan semakin tajam puncak pola difraksi maka semakin besar ukuran kristal tersebut.

Puncak-puncak pola difraksi pada kurva hasil eksperimen dicocokkan terhadap kurva teoritis dari *database* internasional *Chrystallography Open Database* (COD) dengan nomor No. 96-900-6800 sebagai usnyawa Aluminium Oksida dan No. 96-153-5067 sebagai SiO_2 , serta No. 96-901-2466 sebagai Kristal Flouride. Senyawa CaO dan MgO memiliki Kode COD No 93-901-2426 dan 26-901-367.



Gambar 2. Perbandingan pola difraksi hasil XRD sampel GIC murni dengan sampel GIC-10% Al_2O_3 .

Tabel 2. Hasil perhitungan ukuran kristal sampel GIC.

Sampel	Cos θ (°)	FWHM (rad)	D (nm)
GIC Murni	0,96419	0,86888	0,166
	0,92196	0,26496	0,568
	0,81398	0,38014	0,448
	0,97543	0,08607	1,652
GIC- Al_2O_3 10%	0,90821	0,1602	0,953
	0,81267	0,744459	0,229

Tabel 3. Hasil uji kekerasan vickers pada GIC dengan variasi penambahan Al₂O₃.

Sampel GIC	Variasi Al ₂ O ₃					
	0%	2,5%	5%	7,5%	10%	12%
	70,4	71,5	56	74,8	123,4	71,7
Kekerasan (HV)	80,4	76,5	67,7	74	116,4	53,2
	76,2	74,9	74,5	82,3	109	86,1
Rata-rata	75,67	74,30	66,07	77,03	116,27	70,33

Pengaruh Variasi Al₂O₃ terhadap Kekerasan GIC

Telah dilakukan uji kekerasan *vickers* terhadap semua sampel yang sudah dicetak dengan gaya tekan 0,1 N dan lama pembebanan selama 20 detik. Uji kekerasan dilakukan pada tiga titik untuk setiap sampel dengan diagonal yang berbeda.

Dari data yang tercantum dalam tabel 3, hasil uji kekerasan menunjukkan bahwa variasi Al₂O₃ berpengaruh pada kekerasan GIC. Pada beberapa variasi penambahan Al₂O₃ dapat meningkatkan kekerasan secara signifikan tetapi pada beberapa variasi pula penambahan Al₂O₃ dapat menurunkan kekerasan GIC. Kekerasan GIC meningkat berdasarkan uji kekerasan *vickers* pada variasi penambahan Al₂O₃ sebanyak 7,5% dan 10% dengan persentase kenaikan sebanyak 1,81% dan 53,66%. Penurunan kekerasan terjadi pada variasi Al₂O₃ sebanyak 2,5%, 5%, dan 12,5% yaitu 1,81%, 12,69%, dan 7,05%. Terjadi perbedaan yang cukup signifikan dari penelitian sebelumnya [12,13] yang dimungkinkan karena proses pencampuran yang berbeda.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil uji pada sampel GIC murni dan GIC dengan penambahan Al₂O₃ 12,5% menunjukkan lima senyawa penyusun GIC dengan persentase berat yang didominasi oleh SiO₂ sebelum divariasi dan

Al₂O₃ setelah divariasi. Komposisi GIC berdasarkan uji EDX adalah flour (F), magnesium oksida (MgO), aluminium oksida/ alumina (Al₂O₃), silikon dioksida/ asam silikat (SiO₂), dan kalsium oksida (CaO).

Hasil SEM mengindikasikan bahwa variasi penambahan Al₂O₃ pada GIC sangat berpengaruh pada morfologi pada permukaan GIC yang ditunjukkan dengan terbentuknya *crack* pada konsentrasi alumina yang tinggi.

Kekerasan GIC meningkat berdasarkan uji kekerasan *vickers* pada variasi penambahan Al₂O₃ sebanyak 7,5% dan 10% dengan persentase kenaikan sebanyak 1,81% dan 53,66%. Nilai uji kekerasan *vickers* terbaik diperoleh pada sampel dengan variasi Al₂O₃ sebanyak 10% dengan nilai 116,27 HV.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Alwiyah. *Pengaruh Variasi Magnesium Oxide (MgO) Terhadap Karakteristik Semen Gigi Modifikasi Nano Zinc Oxide Eugenol (ZOE)*. Skripsi. Departemen Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. 2013.
- [2] Andrica, P. *Pengaruh Variasi Komposisi Calcium Fluoride (CaF₂) Terhadap Karakteristik Semen Gigi Gic (Glass Ionomer Cement)*. Skripsi. Departemen Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. 2015.
- [3] Anusavice, K. J., Shen, C. and Rawls, H. R. *Philip's science of dental materials*. 12th ed. St.louis: Saunders-Elsevier.

- 2013.
- [4] Tyas MJ, Burrow MF. Adhesive restorative materials: a review. *Aust Dent J*. 2004;49(3):112-154.
- [5] Damayanti D. *Analisis Tingkat Kekristalan Campuran - Al₂O₃ dan Gelas Amorf*. Skripsi. Jurusan Fisika FMIPA ITS. 2010.
- [6] Martin AP. Glass Ionomer Cement. *Australian Dental Journal*. 1980;25(4):235-235. doi: 10.1111/j.1834-7819.1980.tb03878.x.
- [7] McCabe JF & Walls AWG. *Applied dental materials*. 9th ed. United Kingdom : Blackwell Munksgaard. 2008.
- [8] Moshaverina A, Roohpour N, Chee WWL, Schricker SR. A review of powder modification in conventional glass-ionomer dental cements. *J Mater Chem*. 2011;21:1319-1328.
- [9] Ciccone-Nogueira JC, Borsatto MC, de Souza-Zaron WC, Ramos RP, Palma-Dibb RG. Microhardness of composite resins at different depths varying the post-irradiation time. *J Appl Oral Sci*. 2007;15(4):305-309. doi:10.1590/s1678-77572007000400012
- [10] Sakaguchi, R.L., & Powers, J.M. *Craig's restorative dental materials*. 13th ed. Philadelphia : Mosby Elsevier. 2012.
- [11] Sidhu S & Nicholson J. A Review of Glass-Ionomer Cements for Clinical Dentistry. *Journal of Functional Biomaterials*. 2016;7(3):16. doi: 10.3390/jfb7030016.
- [12] Arita K, Yamamoto A, Shinonaga Y, et al. Hydroxyapatite particle characteristics influence the enhancement of the mechanical and chemical properties of conventional restorative glass ionomer cement. *Dent Mater J*. 2011;30(5):672-683. doi:10.4012/dmj.2011-029
- [13] Rahma AM. *Pengaruh Variasi Alumina Terhadap Kekuatan Tekan Dan Kecerahan Glass Ionomer Cement (Gic)*. Departemen Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga. 2015.