

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT GIC/ZAA-CU(0,3 M)/AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> SEBAGAI BAHAN RESTORASI GIGI DITINJAU DARI KEKERASAN MIKRO

Isnindar Tandya Asri<sup>1,\*</sup>, Yudyanto<sup>1</sup>, Hartatiek<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang, Jl. Semarang no. 5, Kota Malang, 65145, Indonesia

\*Email: tiez.nindar@gmail.com

---

### Abstrak

Karies gigi merupakan penyakit penyebab plak yang timbul akibat adanya aktivitas bakteri *Streptococcus mutans*. Bahan restorasi gigi yang sering digunakan adalah *Glass Ionomer Cement* (GIC). Meskipun mudah diaplikasikan, GIC memiliki sifat mekanik yang rendah dan mudah terkikis oleh saliva. Penambahan material Zeolit Alam Aktif-Cu(0,3 M) dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diperlukan untuk meningkatkan sifat mekanik dari GIC. Zeolit alam diaktivasi secara kimia menggunakan larutan asam dan diimpregnasi dengan Cu<sup>2+</sup>. Ketiga bahan tersebut kemudian dikompositkan menjadi GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hasil XRF sebelum dan sesudah aktivasi zeolit alam menunjukkan adanya peningkatan nilai unsur Si dan Cu. Selain itu, hasil XRD keduanya tidak menunjukkan adanya perubahan fase. Uji kekerasan mikro pada komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> memperlihatkan bahwa semakin banyak komposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maka semakin tinggi pula nilai kekerasannya.

**Kata Kunci:** komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, kekerasan

---

### 1. Pendahuluan

Kesehatan gigi dan mulut merupakan hal penting yang harus diperhatikan oleh masyarakat. Karies gigi merupakan penyakit yang dapat menimbulkan kerusakan pada jaringan di sekitar gigi karena adanya aktivitas bakteri [1]. Beberapa faktor yang dapat menyebabkan gangguan keseimbangan di dalam mulut adalah mikroorganisme dan karbohidrat [2]. Gigi yang mengalami karies perlu diberikan penanganan dengan cara melakukan restorasi di sekitar kavitas. Restorasi sendiri memiliki arti perbaikan atau penggantian struktur gigi yang hilang atau rusak [3]. Bahan restorasi yang sering digunakan adalah *Glass Ionomer Cement* (GIC).

GIC memiliki sifat mekanik yang buruk dibanding bahan restorasi yang lain diantaranya memiliki sifat *low crushing strength*, serta cenderung sedikit larut dalam cairan di dalam mulut [4], [5]. Bahan restorasi ini sering kali mudah terkikis dan tergerus oleh saliva sehingga dapat mempengaruhi akumulasi plak dan menimbulkan karies sekunder [6]. Untuk mengurangi resiko timbulnya karies sekunder, diperlukan bahan material yang bersifat antibakteri dan tidak toksik. Salah satunya adalah batuan zeolit alam. Batuan ini memiliki area permukaan yang luas, memiliki struktur dan dimensi pori yang mengontrol pertukaran ion, dan memiliki kekuatan mekanik yang tinggi bila dibandingkan dengan pori silika amorf [7].

Sebelum digunakan, zeolit alam perlu dimodifikasi dengan cara diaktivasi melalui proses fisika dan kimia yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor dalam pori dan memperluas permukaan zeolit [8]. Untuk menambah sifat antibakteri, Zeolit Alam Aktif (ZAA) diimpregnasi dengan logam aktif Cu<sup>2+</sup> yang berfungsi sebagai agen pengendali pertumbuhan mikroorganisme. Karena konsentrasi Cu<sup>2+</sup> pada zeolit alam sangat kecil maka perlu adanya penambahan Cu<sup>2+</sup> seperti yang pernah dilakukan oleh Irnawati dkk (2010), komposit Cu-zeolit memiliki daya antibakteri terhadap bakteri *Streptococcus mutans* [9].

GIC juga memerlukan material tambahan yang dapat meningkatkan sifat mekanik kekuatan dan kekerasan bahan restorasi. Salah satu material keramik yang dapat digunakan adalah aluminium oksida karena bersifat kuat, tahan korosi, memiliki ukuran grain yang kecil, dan tidak berporos [10]. Untuk memunculkan sifat-sifat fisik dan mekanis yang lebih baik, material *Glass Ionomer Cement*, Zeolit Alam Aktif-Cu(0,3 M), dan alumina dapat dikombinasi dengan cara mengkompositkan ketiga material tersebut menjadi GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Komposit GIC/ZAA-

Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diharapkan mampu untuk memperbaiki kelemahan bahan restorasi jenis *Glass Ionomer Cement*.

## 2. Metode Penelitian

### 2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa GIC merk Fuji IX, zeolit alam Kecamatan Sumbermanjing Wetan Kabupaten Malang, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CuCl<sub>2</sub> 0,3 M, aquademin, aquabides, HCl 6 M, HF 1%, dan NH<sub>4</sub>Cl 1 M.

### 2.2 Preparasi Sampel Zeolit Alam

Bongkahan batuan zeolit yang berasal dari Kecamatan Sumbermanjing, Kabupaten Malang dihaluskan dengan menggunakan mortar dan alu. Kemudian serbuk zeolit yang didapat diayak menggunakan ayakan 200 *mesh* dan dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD.

### 2.3 Sintesis Zeolit Alam Aktif-Cu(0,3 M)

Pengaktivasian zeolit alam dimulai dengan pencucian 90 gram serbuk zeolit menggunakan aquademin dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam dengan kecepatan 600 rpm pada suhu kamar. Hasil pengadukan kemudian disaring dan dilakukan pengeringan pada suhu 120°C selama 4 jam. Serbuk zeolit kemudian diayak menggunakan ayakan 200 *mesh* dan direndam dalam larutan asam HF 1% sebanyak 100 ml selama 30 menit. Endapan yang didapat disaring dan dicuci menggunakan aquabides hingga pH menjadi netral. Saring kembali dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 120°C selama 4 jam.

Serbuk zeolit kemudian direndam dalam larutan HCl 6 M sebanyak 200 ml selama 30 menit sambil diaduk dengan kecepatan 600 rpm selama 4 jam. Setelah itu larutan disaring dan dicuci dengan aquademin berulang kali agar bebas dari ion Cl<sup>-</sup>. Residu kemudian direndam menggunakan larutan NH<sub>4</sub>Cl 1 M sebanyak 250 ml sambil dipanaskan pada suhu 90°C selama 3 jam kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu 120°C selama 4 jam.

Serbuk Zeolit Alam Aktif diimpregnasi dengan ion logam Cu<sup>2+</sup> dengan cara diaduk dalam larutan CuCl<sub>2</sub> 0,3 M dengan kecepatan 600 rpm pada suhu 100°C selama 1 jam. Zeolit Alam Aktif-Cu(0,3 M) dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 24 jam. Serbuk hasil pengeringan dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD.

### 2.4 Sintesis Komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Serbuk *Glass Ionomer Cement*, Zeolit Alam Aktif-Cu(0,3 M), dan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dikomposit dengan perbandingan komposisi GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, yaitu (100:0:0)% sebagai kontrol; (50:50:0)%; (50:40:10)%; (50:30:20)%; (50:25:25)%; (50:20:30)%; (50:10:40)%; (50:0:50)% dari berat total (%wt).

Serbuk komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diuji menggunakan XRD dan SEM. Sebanyak 3,6 gram serbuk komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dicampur dengan 1 gram cairan poliakrilik (GIC *liquid*) hingga berbentuk semen dan dicetak menggunakan cetakan akrilik yang sudah dilubangi berbentuk tabung dengan diameter 4 mm dan tinggi 6 mm. Hasil cetakan digunakan untuk uji kekerasan mikro dan uji SEM.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Hasil Uji XRF Zeolit Alam

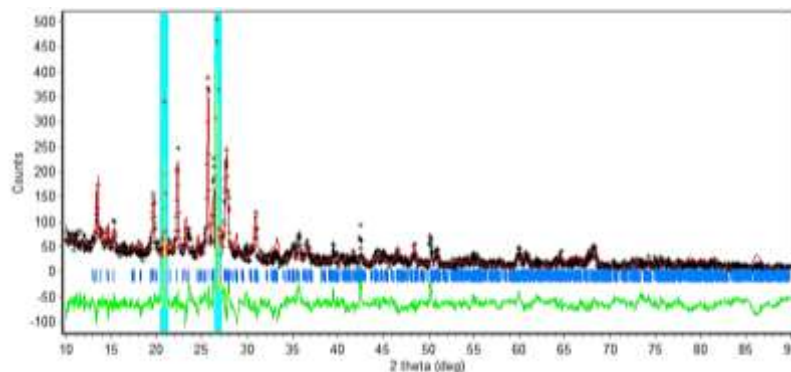
Tabel 1 menunjukkan unsur tertinggi yang dimiliki zeolit alam asal Kecamatan Sumbermanjing Wetan, Kabupaten Malang adalah Si yang memiliki komposisi 54,3%, kemudian Fe sebesar 17,4%, Ca sebesar 13,7%, Al sebesar 7,9%, dan K sebesar 5,39%.

**Tabel 1.** Data hasil uji XRF batuan zeolit alam

Comp	Si (%)	K (%)	Ca (%)	Ti (%)	V (%)	Cr (%)	Mn (%)	Fe (%)	Ni (%)	Cu (%)	Sr (%)	Yb (%)	Al (%)	Zr (%)
Conc Unit	54,3	5,39	13,7	1,55	0,05	0,066	0,09	17,4	0,25	0,16	1,1	0,1	7,9	1

### 3.2 Hasil Uji XRD Zeolit Alam

Hasil analisis *Rietveld* pada pola grafik XRD seperti yang ditunjukkan Gambar 1 memberikan makna bahwa zeolit alam tersebut sebagian besar berfase mordenit dengan parameter kisi  $a = 18,136 \text{ \AA}$ ,  $b = 20,459 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,5299 \text{ \AA}$ , grup ruang  $Cmcm$ , bersistem kisi Bravais *base-centered* ortorombik. Ukuran butir dari zeolit alam tersebut adalah  $50,87 \text{ nm}$ . Kualitas *fitting* dari analisis adalah  $R_p = 23,28$  dan  $R_{wp} = 17,72$ .


**Gambar 1.** Profil pola difraksi zeolit alam

### 3.3 Hasil Uji XRF ZAA-Cu(0,3 M)

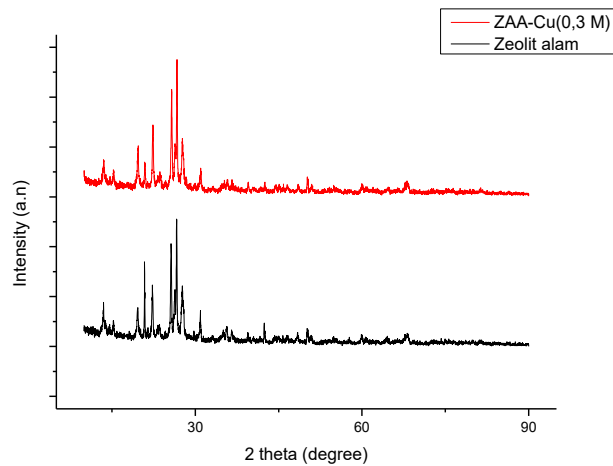
Tabel 2 merupakan hasil karakterisasi ZAA-Cu(0,3 M) menggunakan XRF. Hasil XRF ZAA-Cu(0,3 M) memperlihatkan bahwa zeolit alam telah berhasil diaktivasi. Hal ini ditandai dengan adanya penurunan kandungan unsur pengotor  $K^+$ ,  $Fe^{2+}$  dan  $Ca^{2+}$  setelah dilakukan aktivasi larutan asam. Kandungan Cu pada ZAA-Cu(0,3 M) mengalami kenaikan yang cukup signifikan yakni dari 0,16% (sebelum aktivasi) menjadi 9,59% yang mengindikasikan bahwa proses impregnasi ion  $Cu^{2+}$  juga berhasil.

**Tabel 2.** Data hasil uji XRF batuan zeolit alam

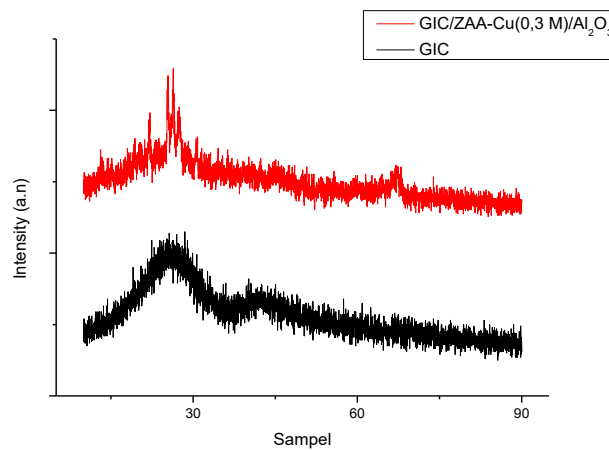
Comp	Al (%)	Si (%)	K (%)	Ca (%)	Ti (%)	V (%)	Cr (%)	Mn (%)	Fe (%)	Ni (%)	Cu (%)	Sr (%)
Conc unit	8,3	59,3	4,42	4,81	1,29	0,04	0,059	0,066	10,2	1,36	9,59	0,55

### 3.4 Hasil Uji XRD ZAA-Cu(0,3 M)

Gambar 2 berikut menunjukkan pola hasil karakterisasi XRD dari zeolit alam dan ZAA-Cu(0,3 M). Pola difraksi hasil XRD zeolit alam dan ZAA-Cu(0,3 M) tidak menunjukkan adanya pergeseran *peak* (puncak) di posisi  $2\theta$  untuk fase  $SiO_2$ . Kesesuaian puncak dari fase  $SiO_2$  pada kedua pola difraksi mengindikasikan bahwa proses aktivasi zeolit tidak mengubah fase zeolit namun hanya meningkatkan rasio Si/Al, meningkatkan kandungan  $Cu^{2+}$  dan menghilangkan pengotor pada pori zeolit. Ukuran butir ZAA-Cu(0,3 M) adalah  $36,20 \text{ nm}$ .



Gambar 2. Pola hasil XRD zeolit alam dan ZAA-Cu(0,3 M)



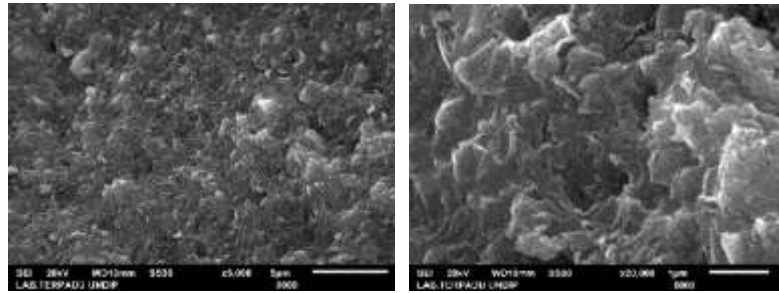
Gambar 3. Pola hasil XRD GIC dan GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### 3.5 Hasil Uji XRD Komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Gambar 3 berikut menampilkan dua macam pola difraksi yakni GIC (grafik warna hitam) dan komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (grafik warna merah). *Glass Ionomer Cement* (GIC) merupakan material yang memiliki struktur *glass* dan berfasa amorf [10]. Hal ini dibuktikan dengan tidak adanya puncak yang jelas dari pola hasil XRD GIC. Perbedaan dapat dilihat pada pola hasil XRD komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pola tersebut memperlihatkan bahwa puncak ZAA-Cu(0,3 M) terlihat pada sudut antara 21° sampai 32° dan antara sudut 65° sampai 70°. Puncak-puncak lain dari ZAA-Cu(0,3 M) dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> teredam oleh adanya GIC yang berfasa amorf.

### 3.6 Hasil Uji SEM Komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Karakterisasi morfologi dari sampel GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berbentuk serbuk dilakukan dengan menggunakan SEM yang dapat memperlihatkan butiran-butiran seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil SEM menunjukkan bahwa sampel terkomposit dengan baik karena butiran-butiran tersebut tersebar merata dan memiliki bentuk butiran yang tidak beraturan. Perbedaan besar ukuran partikel tersebut disebabkan karena ukuran partikel dari *Glass Ionomer Cement* (GIC) lebih kecil dari 100 µm sedangkan ZAA-Cu(0,3 M) yang dikompositkan berukuran 36,20 nm. Pengaplikasian serbuk GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> saat ditambahkan pada gigi perlu ditambahkan GIC cair (larutan poliasam) yang terdiri dari asam poliakrilik dan asam tartarat agar mengeras dan berbentuk semen.



Gambar 4. Morfologi komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> setelah diberi GIC cair

Tabel 3. Nilai kekerasan komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

S	Komposisi (%wt)	Titik 1	Titik 2	Titik 3	Rata-rata HVN
S1	50:40:10	45,2	48,3	49,3	47,60
S2	50:30:20	63,9	50,8	58,3	57,67
S3	50:25:25	60,5	61,8	57,3	59,87

### 3.7 Uji Kekerasan

Komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> serbuk yang dicampur GIC cair dan kemudian dicetak hingga berbentuk pelet diuji kekerasannya menggunakan *Micro Vickers Hardness Tester*. Indentor yang digunakan berupa *diamond* berbentuk piramida dengan dasaar persegi. Setiap sampel dilakukan pengujian tiga titik dengan diberikan kuat beban sebesar 200 gf dengan lama penahanan 15 detik. Hasil uji kekerasan menunjukkan nilai kekerasan yang bervariasi di setiap titiknya namun nilai yang didapat tidak jauh berbeda. Hal tersebut dikarenakan sampel komposit yang homogen. Tabel 3 menunjukkan nilai kekerasan setiap sampel.

## 4. Kesimpulan

Proses aktivasi menggunakan larutan asam dapat meningkatkan selektivitas zeolit karena berkurangnya kandungan unsur pengotor dalam zeolit alam. Penambahan komposisi alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dalam komposit GIC/ZAA-Cu(0,3 M)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cenderung dapat meningkatkan kekerasan mikro. Semakin banyak komposisi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> maka semakin tinggi pula nilai kekerasannya.

### Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat dan karunia-Nya. Terima kasih kepada kedua orang tua saya yang selalu mendukung segala kegiatan saya. Terima kasih kepada para sahabat dan teman yang selalu memberikan semangat demi terselesainya penelitian ini.

### Daftar Rujukan

- [1] D. Ozdemir, "Dental Caries and Preventive Strategies," *J. Educ. Instr. Stud. WORLD*, 2014.
- [2] M. Peneva, "Dental Caries—Disturbed Balance of the Risk Factors," *J. IMAB*, vol. 13, no. 2, 2007.
- [3] E. A. M. Kidd and B. G. N. Smith, "Manual Konservasi Restoratif Menurut Pickard," *Alih Bhs. Narlan Sumawinata Ed*, vol. 6, 2000.



- [4] T. De Caluwé, C. W. J. Vercruyssen, S. Fraeyman, and R. M. H. Verbeeck, "The influence of particle size and fluorine content of aluminosilicate glass on the glass ionomer cement properties," *Dent. Mater.*, vol. 30, no. 9, pp. 1029–1038, 2014.
- [5] B. W. Bertenshaw and E. C. Combe, "Studies on polycarboxylates and related cements: I. Analysis of cement liquids," *J. Dent.*, vol. 1, no. 1, pp. 13–16, 1972.
- [6] G.-Y. Lai, L.-K. Zhu, M.-Y. Li, and J. Wang, "An in vitro study on the secondary caries-prevention properties of three restorative materials," *J. Prosthet. Dent.*, vol. 110, no. 5, pp. 363–368, 2013.
- [7] N. Iqbal *et al.*, "Nano-hydroxyapatite reinforced zeolite ZSM composites: A comprehensive study on the structural and in vitro biological properties," *Ceram. Int.*, vol. 42, no. 6, pp. 7175–7182, 2016.
- [8] D. Y. Lestari, "Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai negara," in *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*, 2010.
- [9] D. Irnawati, P. Agustiono, and E. H. Wardhani, "The Influence of Cu Concentration on Cu-Zeolite to Antibacterial Power in *Streptococcus mutans*," *J. Zeolit Indones.*, vol. 9, no. 2, pp. 47–53, 2010.
- [10] S. Suminta, "Karakterisasi zeolit alam dengan metode difraksi sinar-X," *J. Zeolit Indones.*, vol. 5, no. 2, pp. 52–68, 2006.
- [11] N. Monmaturapoj, W. Soodsawang, S. Tanodekaew, and S. Channasanoon, "Effect of glass preparation on mechanical properties of glass ionomer cements," *J Met Mater Min.*, pp. 197–199, 2010.