

---

## PENGARUH PENAMBAHAN HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG TELUR TERHADAP KEKUATAN TEKAN *GLASS IONOMER CEMENT*

\*Martha Mozartha, \*\*Muthiara Praziandithe, \*\*\*Sulistiawati

\*Bagian Ilmu Teknologi dan Material Kedokteran Gigi, PSKG Universitas Sriwijaya

\*\*Mahasiswa, PSKG Universitas Sriwijaya

\*\*\*Bagian Penyakit Mulut, PSKG Universitas Sriwijaya

---

### KATA KUNCI

*Glass ionomer cement*, hidroksiapatit, cangkang telur, kekuatan tekan

---

### ABSTRAK

*Glass Ionomer Cement* (GIC) memiliki sifat-sifat yang menguntungkan sebagai material restorasi. Namun, penggunaannya terbatas karena GIC memiliki kekuatan tekan yang rendah. Berbagai penelitian dilakukan untuk meningkatkan kekuatan tekan GIC, salah satunya penambahan hidroksiapatit ke bubuk GIC. Hidroksiapatit dapat disintesis dari larutan kimia atau berbagai limbah alam, misalnya cangkang telur, melalui metode presipitasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur terhadap kekuatan tekan GIC Fuji IX (*GC Corporation*). Pembuatan 32 silinder GIC berdiameter 4mm dan tinggi 6mm dibagi menjadi 2 kelompok, yaitu: kelompok GIC tanpa penambahan hidroksiapatit sebagai kelompok kontrol (n=16) dan kelompok GIC dengan penambahan 8% hidroksiapatit sebagai kelompok uji (n=16). Kekuatan tekan diukur dengan *Universal Testing Machine*. Data dianalisis menggunakan uji T tidak berpasangan. Hasil pengukuran rata-rata kekuatan tekan GIC kelompok kontrol adalah  $104,33 \pm 1,36$  MPa dan kelompok uji adalah  $109,52 \pm 1,58$  MPa. Hasil uji T pada data tersebut menunjukkan perbedaan signifikan antar kelompok ( $p < 0,05$ ). Kesimpulan penelitian ini adalah penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur ke bubuk GIC dapat meningkatkan kekuatan tekan GIC.

---

### PENDAHULUAN

*Glass Ionomer Cement* (GIC) mulai diperkenalkan pada awal tahun 1970 dan telah digunakan secara luas di bidang kedokteran gigi hingga saat ini.<sup>1</sup> *Glass Ionomer Cement* adalah semen berbasis air yang terbentuk melalui reaksi asam-basa antara bubuk aluminosilikat kaca dengan asam poliakrilik sebagai likuid. Material ini mampu melepaskan ion fluor yang dapat melindungi gigi dari karies, berikatan secara kimia pada dentin maupun enamel, memiliki koefisien termal mirip gigi, biokompatibilitas

tinggi dan mudah dimanipulasi, sehingga penggunaannya sebagai material restorasi sangat menguntungkan. Namun, GIC bersifat *brittle*, memiliki sifat mekanis buruk dan kurang estetik. Hal tersebut menyebabkan penggunaan GIC sebagai material restorasi terbatas pada daerah yang tidak membutuhkan tekanan besar dan estetik.<sup>2</sup> Berbagai usaha telah dilakukan untuk memperbaiki sifat mekanis GIC, termasuk memodifikasi bubuk GIC dengan menambahkan *filler* berupa *stainless-steel*, *glass fiber* dan hidroksiapatit (HA).<sup>3,4,5</sup>

Hidroksiapatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) merupakan biokeramik golongan kalsium fosfat yang merupakan mineral utama penyusun tulang dan gigi. Hidroksiapatit sangat biokompatibel dan memiliki struktur kristal mirip apatit di jaringan keras gigi.<sup>6</sup>

Hidroksiapatit dapat disintesis melalui metode presipitasi, sol-gel, hidrotermal, pembakaran dan lain-lain. Diantara metode tersebut, presipitasi merupakan metode yang paling sering digunakan, karena sederhana, ekonomis dan mudah. Sintesis HA biasanya bersumber dari larutan kimia, tetapi membutuhkan biaya yang cukup mahal.<sup>7</sup> Saeed dkk.<sup>8</sup> melaporkan bahwa HA dapat disintesis dari cangkang telur melalui metode presipitasi dan menghasilkan bubuk HA murni. Cangkang telur mengandung 94%  $\text{CaCO}_3$  (kalsium karbonat) yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium untuk digunakan sebagai prekursor dalam sintesis HA.<sup>9</sup> Menurut data Badan Pusat Statistik tahun 2013, produksi telur ayam pada tahun 2012 sebesar 1.060.000 ton per tahun dan 11% dari berat telur tersebut merupakan cangkang telur, dengan kata lain dalam setahun di seluruh Indonesia dihasilkan 116.600 ton limbah cangkang telur.<sup>10</sup>

Penelitian ini menitikberatkan pada kekuatan tekan GIC yang telah ditambahkan HA sebagai *filler* ke dalam bubuk GIC. Kekuatan tekan penting dimiliki material restorasi karena erat hubungannya dengan ketahanan

material terhadap tekanan kunyah. Sebelumnya Moshaverinia dkk.<sup>6</sup> telah melaporkan penambahan 5% HA mampu meningkatkan kekuatan tekan GIC secara signifikan. Pada penelitian tersebut sintesis HA bersumber dari larutan kimia, sedangkan pada penelitian ini HA bersumber dari limbah cangkang telur. Penelitian terdahulu belum pernah mengevaluasi kekuatan tekan GIC yang ditambahkan HA yang disintesis dari cangkang telur. Oleh karena itu, peneliti tertarik meneliti ada atau tidaknya pengaruh penambahan HA yang disintesis melalui metode presipitasi dari cangkang telur ke bubuk GIC terhadap kekuatan tekan.

---

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini adalah eksperimental laboratorik, dengan spesimen yang dibuat sesuai dengan mengikuti standar ISO 7489:1986.<sup>11</sup> Spesimen penelitian yaitu silinder GIC dengan ukuran diameter 4mm dan tinggi 6mm, dengan jumlah total 32 buah dan dibagi menjadi dua kelompok. Kelompok A (n=16) dibuat tanpa penambahan hidroksiapatit ke dalam bubuk GIC (kelompok kontrol), dan kelompok B (n=16) dengan penambahan hidroksiapatit ke dalam bubuk GIC (kelompok uji).

### Pembuatan Hidroksiapatit dengan Metode Presipitasi

Sebanyak 200g cangkang telur dicuci dan dibersihkan dengan aquades untuk membersihkan cangkang telur dari selaput

lendir dan kotoran, setelah bersih kemudian dihancurkan menggunakan *ball milling* selama 5 menit hingga menjadi bubuk halus. Bubuk cangkang telur lalu diayak menggunakan pengayak 200 *mesh*, kemudian dibakar dengan *furnace* pada suhu 900°C selama 2 jam.<sup>12</sup> Proses pembakaran bertujuan untuk mengubah kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang terkandung dalam cangkang telur menjadi kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ), yang akan digunakan dalam pembuatan prekursor  $\text{Ca(OH)}_2$ .

Bubuk  $\text{CaO}$  ditimbang sebanyak 5,6g dengan timbangan digital dan dicampurkan dengan  $\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 100ml, lalu diaduk dengan pengaduk magnetik agar homogen. Dihasilkan larutan  $\text{Ca(OH)}_2$  1M sebanyak 100mL.

Selanjutnya dilakukan pembuatan prekursor asam fosfat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) 0,6M sebanyak 100mL. Asam fosfat 85% diukur sebanyak 3,5mL, kemudian air destilasi ditambahkan hingga volume mencapai 100mL. Larutan diaduk hingga homogen.

Pembuatan hidroksiapatit dengan metode presipitasi dilakukan dengan mereaksikan prekursor asam fosfat dengan kalsium hidroksida. Pencampuran ini dilakukan dengan mentitrasi larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  100mL dengan buret ke dalam tabung erlenmeyer yang telah berisi suspensi  $\text{Ca(OH)}_2$  100mL. Rerata laju titrasi adalah 1mL/menit dan suspensi diaduk secara kuat menggunakan pengaduk magnetik dengan laju pengadukan 150rpm.<sup>13</sup>

Setelah  $\text{H}_3\text{PO}_4$  habis dititrasi, campuran dihangatkan pada suhu 60°C selama 1 jam, kemudian  $\text{NaOH}$  ditambahkan sehingga diperoleh pH campuran 10. Campuran didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar. Endapan yang terbentuk disaring dengan kertas saring, dicuci dengan air destilasi, diletakkan di dalam cawan dan dilakukan proses pengeringan selama satu malam di dalam oven pada suhu 80°C. Selanjutnya dilakukan proses *sintering* di dalam *furnace* pada suhu 900°C selama 6 jam.

#### **Karakterisasi Partikel Hidroksiapatit**

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui komposisi senyawa yang terbentuk, dengan melakukan uji XRD (*X-Ray Diffraction*). Hasil pemindaian akan muncul pada monitor berupa grafik dengan puncak-puncak difraksi (difraktogram). Puncak-puncak difraksi yang didapat kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X dalam *Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)*.

#### **Pembuatan Spesimen**

*Glass Ionomer Cement* yang digunakan dalam penelitian ini adalah GIC Fuji IX (GC Corporation). Untuk kelompok A, bubuk dan likuid GIC dimanipulasi sesuai petunjuk pabrik. Untuk kelompok B, dilakukan penambahan hidroksiapatit pada bubuk GIC dengan cara mengganti 8% massa bubuk GIC dengan hidroksiapatit.<sup>4</sup> Sebanyak 3,3g bubuk GIC dan 0,3g hidroksiapatit dicampur di dalam tabung erlenmeyer menggunakan

shaker selama 15 detik. Bubuk campuran GIC dan hidroksiapatit kemudian diaduk dengan likuid GIC sesuai petunjuk pabrik.

Massa GIC yang telah homogen dimasukkan ke dalam cetakan berbentuk silinder (diameter 4mm, tinggi 6mm) dengan menggunakan *plastic instrument*. Bagian atas cetakan ditutup dengan *celluloid strip* dan diberi beban 0,5kg untuk menyamakan kepadatan. Matriks *celluloid strip* diambil setelah massa mengeras kemudian spesimen dikeluarkan dari cetakan dan dilakukan pengukuran kekuatan tekan pada spesimen.

**Pengukuran Kekuatan Tekan GIC**

Kekuatan tekan diuji menggunakan *Universal Testing Machine 50kN (GUNT)* dengan *crosshead speed 1mm/menit* hingga spesimen fraktur atau hingga mencapai beban puncak. Nilai kekuatan kompresi menggunakan rumus:

$$\text{Kekuatan tekan} = \frac{P}{\pi r^2}$$

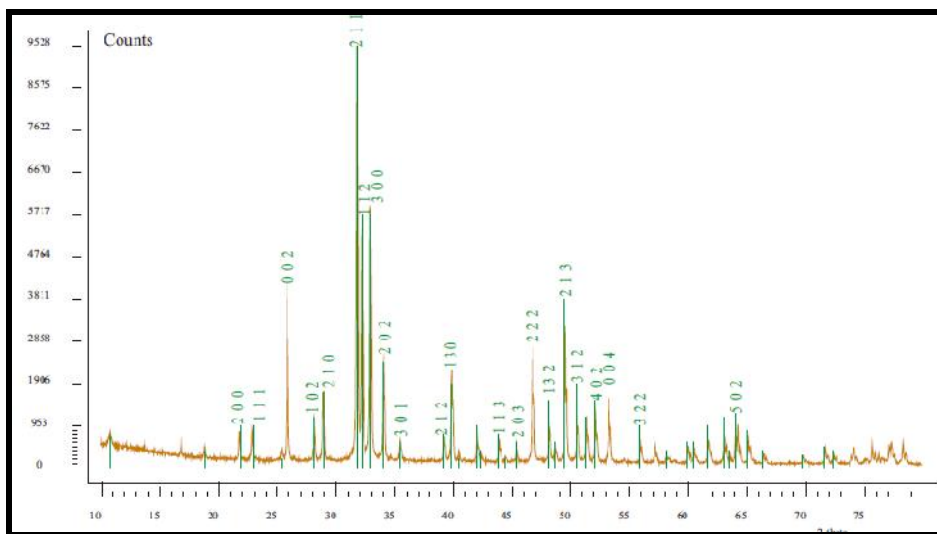
Keterangan:  
 P = tekanan saat spesimen pecah .  
 r = jari-jari silinder spesimen.  
 = konstanta 3,14.

Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan uji T tidak berpasangan.

**HASIL**

Hasil uji XRD menunjukkan puncak-puncak tertinggi pada difraktogram memiliki nilai hkl tiga puncak tertinggi pada selang 2 antara 30° sampai 35° bernilai 211, 112, dan 300 (Gambar 1). Data tersebut cocok dengan data standar JCPDS (9-432) sehingga dapat dipastikan bahwa bubuk yang diperoleh dari metode presipitasi yang telah dilakukan adalah hidroksiapatit (HA).

Gambar 1. Difraktogram Hasil Analisa XRD



Keterangan: sumbu x : 2-theta (sudut penembakan sinar-x terhadap sampel), sumbu y : counts (intensitas cahaya yang diserap oleh sampel)

Kekuatan tekan GIC kemudian diukur dengan *Universal Testing Machine*. Hasilnya disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Nilai rata-rata dan standar deviasi kekuatan tekan GIC

Kelompok Spesimen	N	Rata-rata Nilai (MPa)	Standar Deviasi
Kelompok Kontrol	16	104,33	1,36
Kelompok Uji	16	109,52	1,58

Hasil uji normalitas dan homogenitas menunjukkan data terdistribusi normal dan bersifat homogen ( $p > 0,05$ ), sehingga dapat dilanjutkan dengan pengujian parametrik yaitu uji T tidak berpasangan. Hasil uji T dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil uji T tidak berpasangan

	F	Sig.
Between Groups	,105	,000

Keterangan :

F : *F-test*

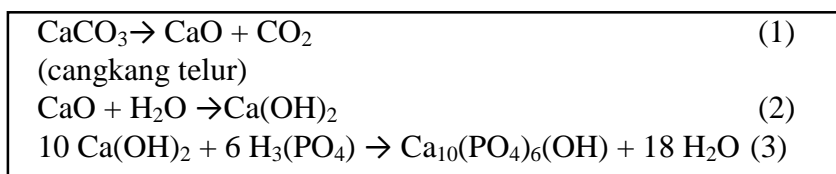
Sig. : *significance*

Hasil uji T pada Tabel 2 menunjukkan penambahan hidroksiapatit dari cangkang

telur memberikan pengaruh signifikan ( $p < 0,05$ ) terhadap kekuatan tekan GIC. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat pengaruh penambahan HA dari cangkang telur terhadap kekuatan tekan GIC.

## PEMBAHASAN

Cangkang telur berperan penting sebagai sumber kalsium dalam sintesis hidroksiapatit (HA). Pembentukan HA melalui metode presipitasi melewati berbagai reaksi kimia (Gambar 2) :



Gambar 2. Reaksi kimia pembentukan HA dari cangkang telur

CaO dari hasil pembakaran  $\text{CaCO}_3$  yang terkandung dalam cangkang telur (persamaan 1) dilarutkan dalam  $\text{H}_2\text{O}$  membentuk  $\text{Ca(OH)}_2$  (persamaan 2).  $\text{Ca(OH)}_2$  direaksikan dengan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  sehingga terbentuk HA ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})$ ) dan  $\text{H}_2\text{O}$  (persamaan 3).

Penggunaan cangkang telur sebagai salah satu prekursor dalam sintesis HA juga telah

berhasil dilakukan oleh Saeed dkk.<sup>8</sup> dan Sanosh dkk.<sup>12</sup> dengan pola difraktogram hasil karakterisasi HA serupa difraktogram hasil penelitian ini.

Data hasil penelitian ini menunjukkan bahwa terdapat perbedaan nilai rata-rata kekuatan tekan GIC antar kelompok (Tabel 1). Nilai rata-rata kekuatan tekan GIC pada kelompok uji mengalami peningkatan dibandingkan

dengan kelompok kontrol. Hasil uji-T yang dapat dilihat pada Tabel 2 menunjukkan bahwa penambahan HA dari cangkang telur memberikan pengaruh bermakna terhadap kekuatan tekan GIC ( $p < 0,05$ ). Ini serupa dengan hasil penelitian Moshaverinia dkk.<sup>6</sup> yang menunjukkan GIC dengan penambahan HA mengalami peningkatan kekuatan tekan GIC secara signifikan. Peningkatan kekuatan tekan GIC tersebut dapat dikaitkan dengan peningkatan derajat reaksi asam basa dan peningkatan kepadatan dalam struktur GIC oleh HA. Hidroksiapatit merupakan biokeramik yang mudah larut dalam larutan asam. Pada saat bubuk GIC yang mengandung HA bercampur dengan likuid GIC, ion kalsium dalam HA akan ikut terlibat dalam reaksi asam basa dengan likuid GIC sehingga terbentuk lebih banyak jembatan garam dan *cross-linking*.<sup>6</sup> Setelah bereaksi, HA akan teradsorpsi pada matriks GIC dan mengisi kekosongan antar partikel kaca di dalam GIC sehingga meningkatkan kepadatan dan kekuatan tekan GIC.<sup>14, 6</sup>

Hasil pemindaian XRD yang berupa difraktogram tidak hanya dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang terbentuk tetapi juga untuk mengetahui derajat kristalinitas senyawa tersebut. Derajat kristalinitas adalah rasio antara jumlah struktur kristal dan amorf dalam suatu senyawa,<sup>15</sup> dan dihubungkan dengan kestabilan suatu senyawa. Derajat kristalinitas yang tinggi menyebabkan HA lebih stabil dan lebih sulit larut.<sup>16</sup>

Difraktogram dengan puncak-puncak yang tajam dan sempit menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk memiliki derajat kristalinitas yang tinggi.<sup>17</sup> Berdasarkan hal tersebut dapat diketahui bahwa HA pada penelitian ini memiliki derajat kristalinitas HA tinggi.

Penggunaan HA dari cangkang telur dengan derajat kristalinitas tinggi dalam penelitian ini mampu meningkatkan kekuatan tekan GIC secara signifikan. Sementara Arita dalam penelitiannya menunjukkan bahwa derajat kristalinitas HA yang tinggi menyebabkan reaksi antara komponen GIC dan HA terjadi lebih lambat sehingga dapat menyebabkan kekuatan tekan GIC menurun.<sup>14</sup> Hal ini mengindikasikan bahwa terdapat kemungkinan adanya karakteristik lain dari HA yang mempengaruhi kekuatan tekan GIC, misalnya ukuran partikel dan area permukaan partikel.<sup>14</sup> Namun, pada penelitian ini tidak dilakukan karakterisasi ukuran partikel dan area permukaan partikel pada HA sehingga belum dapat dipastikan karakteristik HA yang mempengaruhi kekuatan tekan GIC.

---

## SIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa penambahan hidroksiapatit dari cangkang telur ke bubuk GIC dapat meningkatkan kekuatan tekan GIC.

Dari penelitian terdahulu diketahui bahwa ukuran dan area permukaan partikel HA

dapat mempengaruhi kekuatan tekan GIC.<sup>14</sup> Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai karakteristik ukuran dan area permukaan partikel HA dari cangkang telur dan pengaruhnya terhadap kekuatan tekan GIC. Selain itu, penelitian lain telah melakukan penambahan HA dengan persentase bervariasi dan menghasilkan peningkatan kekuatan tekan GIC.<sup>17</sup> Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai persentase massa penambahan hidroksiapatit ke dalam bubuk GIC yang paling optimal dalam meningkatkan kekuatan tekan GIC.

---

#### DAFTAR PUSTAKA

1. McCabe, John F. *Applied Dental Materials Ninth Edition*. UK: Blackwell Munksgaard; 2008.P. 245-256.
2. Robert G, Craig. *Restorative Dental Materials Eleventh Edition*. St. Louis: Mosby; 2002.P. 212-214.
3. Kerby RE. *Shear resistance of silver and stainless steel-reinforced glass-ionomer cements bonded to enamel and dentin*. International Journal of Prosthodontics. 1992;5(5):469-74.
4. Lucas ME, Arita K, Nishino M. *Toughness, bonding and fluoride-release properties of hydroxyapatite-added glass ionomer cement*. Biomaterials. 2003;24(21):3787-94.
5. Lohbauer U, Walker J, Nikolaenko S, dkk. *Reactive fibre reinforced glass ionomer cements*. Biomaterials. 2003;24:2091-907.
6. Moshaverinia A, Ansari S, Moshaverinia M, dkk. *Effects of incorporation of hydroxyapatite and fluoroapatite nanobioceramics into conventional glass ionomer cements (GIC)*. Acta biomaterialia. 2008;4(2):432-40.
7. Sadat-Shojai M, Khorasani MT, Dinpanah-Khoshdargi E, dkk. *Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures*. Acta biomaterialia. 2013;9(8):7591-621.
8. Saeed AM, Hassan RA, Tahjeel KM. *Synthesis of calcium hydroxyapatite powder from hen's eggshell*. Iraqi Journal of Physics 2011;9(16):24-8.
9. Fazel-Rezai, Reza. *Biomedical engineering-frontiers and challenges*. Croatia: Intech; 2011. P. 75-88.
10. Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian. *Telur Ayam Ras*. Buletin Konsumsi Pangan. 2013;4(2):50.
11. Mallmann A, Ataide JC, Amoedo R, dkk. *Compressive strength of glass ionomer cements using different specimen dimensions*. Journal Brazilian Oral Research. 2007;21:204-8.
12. Sanosh KP, Chu MC, Balakrishnan A, dkk. *Utilization of biowaste eggshells to synthesize nanocrystalline hydroxyapatite powders*. Materials Letters. 2009;63(24-25):2100-2.
13. Gomes JF, Hoyos M, Granadeiro CC, dkk. *An investigation of the synthesis parameters of the reaction of hydroxyapatite precipitation in Aqueous media*. The Barkeley Electronic Press. 2008;6: 1-17
14. Arita K, Yamamoto A, Shinonaga Y, dkk. *Hydroxyapatite particle characteristics influence the enhancement of the mechanical and chemical properties of conventional restorative glass ionomer cement*. Dental Materials Journal. 2011; 30(5): 672-683
15. Wong, Joyce Y and Bronzino, Joseph D. *Biomaterials*. Boca Raton: Taylor & Francis Group; 2007. P.49.
16. Vazquez CG, Barba PC, Mungula N. *Stoichiometric hydroxyapatite obtained by precipitation and sol gel processes*. Revista Mexicana De Fisica. 2005; 51(3): 284-293.
17. Yap AU, Pek YS, Kumar RA, dkk. *Experimental studies on a new bioactive material: HA/Ionomer Cements*. Biomaterials. 2002;23:955-62