

## Pengukuran kekerasan karbonat apatit dengan penguat zirkonia sebagai aplikasi implan gigi

Atia Nurul Sidiqa<sup>1\*</sup>, Asih Rahaju<sup>2</sup>, Titis Trilarasati<sup>3</sup>, Meutia Khoirunnisa<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Ilmu, Teknologi, dan Material Kedokteran Gigi, Fakultas Kedokteran Universitas Jenderal Achmad Yani

<sup>2</sup>Departemen Konservasi Gigi dan Endodontik, Fakultas Kedokteran Universitas Jenderal Achmad Yani

\*Korespondensi: [atia.nurul@lecture.unjani.ac.id](mailto:atia.nurul@lecture.unjani.ac.id)

Submisi: 15 Januari 2020; Penerimaan: 28 April 2020; Publikasi Online: 30 April 2020

DOI: [10.24198/pjdrs.v3i2.25710](https://doi.org/10.24198/pjdrs.v3i2.25710)

### ABSTRAK

**Pendahuluan:** Karbonat apatit adalah material keramik yang memiliki karakteristik menyerupai struktur tulang dan dapat meningkatkan konsentrasi ion kalsium dan fosfat yang dibutuhkan untuk pembentukan tulang yang baru. Sifat karbonat apatit yang memiliki kelemahan, yaitu bentuk dan ukuran pori-pori tidak teratur serta tidak saling berhubungan satu sama lain. Kelemahan karbonat apatit tersebut dapat diatasi dengan penambahan bahan keramik lainnya, yaitu zirkonia yang memiliki sifat biokompatibilitas dan mekanik yang baik yang akan meningkatkan nilai kekerasan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan zirkonia pada nilai kekerasan karbonat apatit sebagai material dasar implan gigi. **Metode:** Penelitian ini merupakan eksperimental murni dengan total 24 sampel yang dibagi menjadi 4 kelompok, yaitu kelompok kontrol, karbonat apatit murni (n=6); kelompok A karbonat apatit dengan penambahan 10% berat zirkonia (n=6); kelompok B karbonat apatit dengan penambahan 20% berat zirkonia (n=6); dan kelompok C karbonat apatit dengan penambahan 30% berat zirkonia (n=6). Nilai kekerasan masing-masing kelompok diuji menggunakan alat *vickers hardness tester* dengan satuan VHN. Data dianalisis menggunakan statistik *One Way Anova*. **Hasil:** Pengukuran nilai kekerasan yang didapatkan adalah 209,98±87,70 VHN pada kelompok campuran karbonat apatit-zirkonia 30%, 154,14±43,58 VHN pada kelompok campuran karbonat apatit-zirkonia 20% dan 140,57±62,01 VHN pada kelompok karbonat apatit-zirkonia 10%. Berdasarkan tes Tukey pada penelitian ini terdapat perbedaan bermakna antara nilai kekerasan kelompok kontrol dengan kelompok C (campuran karbonat apatit-zirkonia 30%) dengan nilai p 0,003 (p<0.05) **Simpulan:** Semakin tinggi persentasi zirkonia yang ditambahkan pada karbonat apatit maka semakin tinggi pula nilai kekerasan karbonat apatit-zirkonia yang diperoleh

**Kata kunci:** Implan keramik, karbonat apatit, kekerasan, zirkonia

### *Hardness evaluation of carbonate apatite reinforced with zirconia as a dental implant*

### ABSTRACT

**Introduction:** Carbonate apatite is a ceramic implant material that has similar characteristics with bone and can increase the concentration of calcium ion and phosphate required for the formation of new bone. However, carbonate apatite has the weaknesses that the shape and size of the pores is irregular and does not relate to each other. The weakness of carbonate apatite can be overcome by the addition of other ceramic materials such as zirconia that has good biocompatibility and mechanical properties that could increase the hardness of the material. The purpose of this study was to determine the effect of zirconia on the hardness of carbonate apatite as dental implants application. **Methods:** This study was true experiment with a total of 24 samples divided into 4 groups, carbonate apatite and zirconia (0-30 weight%) were mixed homogeneously. The hardness value was tested using *vickers hardness tester* and .The statistical data were treated by analysis of variance. **Results:** The results show that the increasing of zirconia concentration could enhanced the hardness of material. The hardness obtained were 209,98±87,70 VHN in carbonate apatite-zirconia 30%, 154,14±43,58 VHN in carbonate apatite-zirconia 20%, and 140,57±62,01 VHN in carbonate apatite-zirconia 10%. There was a significant difference between the hardness value of the control group and group of carbonate apatite-zirconia 30% with p value 0.003 (p<0.05) based on analysis of variance (ANOVA) in the Tukey test for all pairs. **Conclusion:** The higher the percentage of zirconia added to carbonate apatite, the higher the hardness value of carbonate apatite-zirconia obtained.

**Keywords:** ceramic implant, carbonate apatite, hardness, zirconia

## PENDAHULUAN

Material implan terdiri atas dua klasifikasi, yaitu logam dan keramik. Bahan logam yang umum digunakan sebagai penyusun implan adalah titanium, stainless steel dan paduan kobalt.<sup>1</sup> Bahan keramik yang dapat digunakan sebagai implan adalah alumunium oksida, zirkonia, hidroksiapatit dan karbonat apatit. Bahan yang ditempatkan ke dalam tubuh harus memberikan respon yang baik bagi tubuh. Material implan keramik diketahui memiliki nilai korosi yang rendah dan kemungkinan melepas zat toksik dalam jumlah yang lebih rendah jika dibandingkan dengan implan berbahan dasar logam. Bahan implan keramik juga memiliki sifat termodinamika yang lebih stabil, hidrofilik dan nonconductive terhadap panas dan listrik.<sup>2</sup> Karbonat apatit merupakan material biokeramik dengan karakteristik yang menyerupai tulang dan berperan penting dalam biokimia jaringan keras.<sup>3</sup> Karbonat apatit memiliki aktivitas biologis yang lebih baik dibandingkan dengan sintesis hidroksiapatit karena penggabungan ion karbonat dengan hidroksiapatit menyebabkan penurunan pembentukan kristal, peningkatan kelarutan dan perubahan morfologi kristal serta peningkatan reaktivitas kimia karena ikatan yang lemah. Karbonat apatit juga dinyatakan sebagai senyawa apatit yang lebih larut *in vivo* dari pada hidroksiapatit dan meningkatkan konsentrasi ion kalsium dan fosfat yang dibutuhkan untuk pembentukan tulang yang baru.<sup>4</sup>

Namun karbonat apatit sebagai bahan keramik juga memiliki kelemahan, yaitu bentuk dan ukuran pori-pori pada karbonat apatit tidak teratur serta tidak saling berhubungan satu sama lain. Hal ini menyebabkan struktur keramik karbonat apatit tidak padat sehingga apabila digunakan sebagai bahan implan karakteristiknya menjadi rapuh dan mudah patah.<sup>5</sup> Kelemahan karbonat apatit tersebut dapat diatasi dengan penambahan bahan keramik lainnya yaitu zirkonia yang akan meningkatkan kekuatan mekanik bahan keramik yang pertama.<sup>6</sup>

Zirkonia adalah material keramik yang memiliki sifat biokompatibilitas yang baik, sifat mekanik yang baik, tahan terhadap korosi dan resistensi terhadap kerusakan. Sifat mekanik yang tinggi dari zirkonia dapat dimanfaatkan sebagai bahan penguat dari keramik yang pertama.<sup>7</sup> Berdasarkan latar belakang tersebut peneliti tertarik untuk menggabungkan karbonat apatit dengan

zirkonia sebagai material implan dalam bidang kedokteran gigi, untuk memperoleh sifat-sifat yang baik sebagai material implan, yaitu biokompatibilitas yang baik disertai mekanis yang sesuai dengan struktur tulang yang digantikan. Sifat mekanis dapat dinyatakan dengan nilai kekerasan melalui uji vickers yang cocok untuk mengukur objek yang kecil, yang diharapkan nilai kekerasannya menyerupai tulang kortikal yaitu 85-89 VHN. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan zirkonia pada nilai kekerasan karbonat apatit sebagai material dasar implan gigi.

## METODE

Metode Penelitian yang akan digunakan pada penelitian ini adalah eksperimen murni yang dilakukan di Laboratorium Teknik Fisika Institut Teknologi Bandung, Laboratorium Biokimia Fakultas Kedokteran Universitas Jenderal Achmad Yani, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia Bandung, Laboratorium Instrumen Universitas Islam Negeri Gunung Djati Bandung dan Teknik Metalurgi Universitas Jenderal Achmad Yani.

Kelompok terdiri dari kelompok kontrol (karbonat apatit murni) dan 3 kelompok, yaitu karbonat apatit dengan penambahan zirkonia dengan persentase yang berbeda, seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Formula persentase berat sampel

Kelompok	Jumlah	Karbonat apatit (%berat)	Zirkonia (%berat)
Kontrol	6	100	0
A	6	90	10
B	6	80	20
C	6	70	30

## Pembuatan karbonat apatit

Karbonat apatit disintesis dengan menggunakan metode sol-gel pada suasana alkali.  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  0,1 M,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  0,06 M, dan larutan  $\text{NaHCO}_3$  0,06 M diaduk hingga homogen menggunakan magnetik stirrer.

Larutan amonia ( $\text{NH}_3$ ) diteteskan perlahan. Larutan  $\text{NaHCO}_3$  yang telah disiapkan dimasukkan tetes demi tetes sampai habis kedalam campuran  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  dengan tetap dihomogenisasi menggunakan magnetic stirrer. pH

diperiksa dan dipertakankan pada kondisi pH 11. Larutan diendapkan selama 1 hari, lalu dikalsinasi pada temperatur 700oC selama 2 jam.

Partikel yang telah dihaluskan dilarutkan dalam 30 ml etanol, kemudian dihomogenisasi. Sampel dikeringkan selama 24 jam, kemudian didapatkan serbuk karbonat apatit

### Pembuatan zirkonia

Larutan  $ZrCl_4$  0,1 dan larutan  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  diaduk menggunakan magnetic stirrer. Sampel melalui proses aging dan drying di dalam oven pada suhu 150oC selama 1 hari hingga hasilnya berupa xerogel.

Sampel kemudian dikalsinasi dengan suhu 900oC selama 2 jam. Partikel yang dihasilkan kemudian dihaluskan lalu dikalsinasi dan dilarutkan dalam 50 ml etanol. Hasil akhir berupa serbuk zirkonia yang berasal dari sampel yang telah dikeringkan.

### Pembuatan sampel

Pembuatan sampel dilakukan dengan cara membuat

komposisi karbonat apatit dan zirkonia (0-30% berat) pada mold dengan ketebalan 2 mm dan diameter 10 mm. Setelah dilakukan proses pemadatan kemudian sampel dilakukan proses sintering dengan suhu 1200oC selama 2 jam.

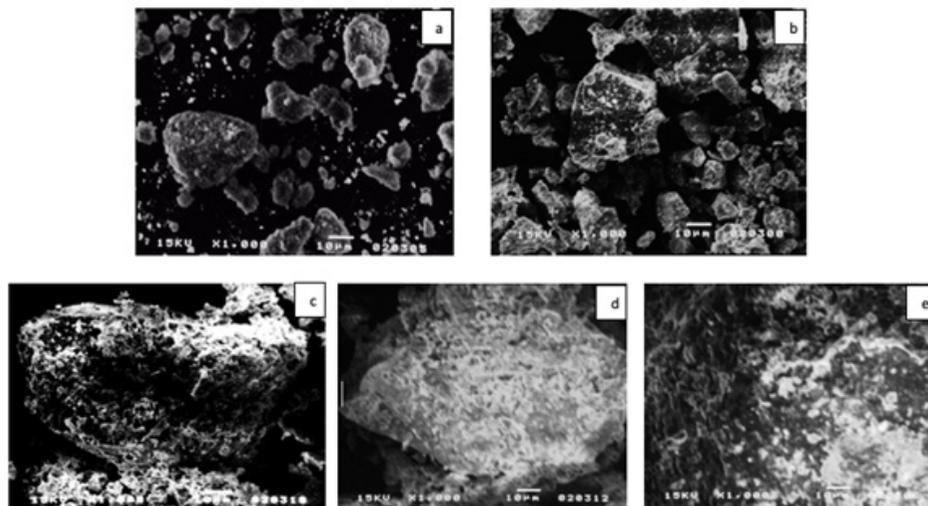
### Karakterisasi

Morfologi dilakukan dengan SEM dan FTIR, sedangkan uji kekerasan dilakukan dengan Digital Micro Hardness Vickers Tester.

Hasil pengukuran pengujian kekerasan sampel dianalisis secara statistika menggunakan One Way Anova kemudian dilanjutkan dengan tes Tukey untuk mengetahui pengaruh penambahan zirkonia pada nilai kekerasan karbonat apatit masing-masing kelompok.

### HASIL

Hasil karakterisasi SEM untuk melihat morfologi mikrostruktur serbuk karbonat apatit, zirkonia dan campuran karbonat apatit dengan persentase berat zirkonia dapat dilihat pada Gambar 1.

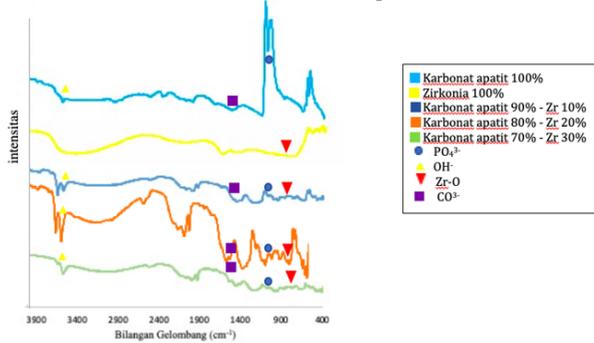


Gambar 1. Morfologi serbuk campuran karbonat apatit dan zirkonia dengan perbesaran 1000x a)karbonat apatit murni; b)zirkonia murni; c)karbonat apatit+zirkonia 10%; d)karbonat apatit+zirkonia 20%; e)karbonat apatit+zirkonia 30%

Hasil karakterisasi morfologi mikrostruktur pada sampel dengan perbesaran 1000x menunjukkan ukuran partikel yang bervariasi. Pada Serbuk zirkonia hasil sintesis melalui proses kalsinasi dengan suhu 900oC yang berhasil memperoleh senyawa kristalin  $ZrO_2$  dengan struktur kristal monoklinik. Pada Gambar 1a) dan 1b) bubuk karbonat apatit dan  $ZrO_2$  murni cenderung memiliki ukuran yang lebih kecil

dan tampak berbeda dengan hasil sintesa karbonat yang telah ditambahkan zirkonia sebagai bahan penguat. Gambar 1c-e) terlihat adanya imteraksi antara karbonat apatit dan zirkonia pada fase solid. Campuran karbonat apatit dengan persentase zirkonia 10%,20% dan 30% yang sudah melalui proses sintering dengan suhu 1200oC selama 2 jam partikelnya semakin padat karena saling berikatan.

Gambar 2. Hasil FTIR karbonat apatit dan zirkonia



Gambar 2. Hasil FTIR karbonat apatit dan zirkonia

Karakterisasi FTIR masing-masing kelompok tersebut terbukti bahwa terdapat gugus karbonat apatit dan zirkonia seperti terlihat pada Gambar 2. terlihat adanya puncak gugus fungsi pada 3571 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus OH<sup>-</sup>. Kelompok gugus PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> ditunjukkan keberadaannya pada puncak 1159 cm<sup>-1</sup> dan keberadaan gugus CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> ditunjukkan pada puncak 1518 cm<sup>-1</sup>. Selain itu, puncak yang menunjukkan keberadaan gugus Zr-O yang ditandai pada puncak 762 cm<sup>-1</sup>.

Uji kekerasan vickers untuk mengukur nilai kekerasan karbonat apatit murni dan karbonat apatit dengan campuran 10%, 20% dan 30% berat zirkonia dapat dilihat pada Tabel 2 adanya peningkatan nilai kekerasan seiring dengan penambahan persentase zirkonia. Hasil uji kekerasan yang dilakukan pada 4 kelompok sampel menunjukkan nilai rata-rata tertinggi terdapat pada kelompok campuran karbonat apatit-zirkonia 30% dengan nilai kekerasan 209,98±87,70 VHN. Nilai kekerasan terendah terdapat pada kelompok kontrol dengan nilai kekerasan 94,95±27,76 VHN.

Tabel 2. Hasil uji kekerasan

Kelompok	Nilai Rata-rata Kekerasan (VHN)
Kontrol	94,95±27,76
A	140,57±62,01
B	154,14±43,58
C	209,98±87,70

Hasil nilai uji kekerasan selanjutnya diolah menggunakan analisa statistik One Way Anova seperti terlihat pada Tabel 3.

Hasil data statistik kelompok secara keseluruhan dapat disimpulkan signifikan yaitu nilai p kurang dari 0,05 yang menunjukkan arti bermakna. Hasil uji kekerasan yang dilakukan pada 4 kelompok sampel menunjukkan nilai rata-rata yang meningkat

seiring dengan penambahan persentase zirkonia

Tabel 3. Pengaruh penambahan zirkonia terhadap kekerasan karbonat apatit

Variabel	Kelompok				Nilai p*
	Kontrol	A	B	C	
Nilai rata-rata Kekerasan (VHN) (sd)	94,95 (27,76)	140,57 (62,01)	154,14 (43,58)	209,98 (87,70)	0,027

Ket: \*) Berdasarkan analisis varian (ANOVA)

Tes Tukey kemudian dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan zirkonia pada nilai kekerasan karbonat apatit pada masing-masing kelompok dapat dilihat pada Tabel 4. Pada penelitian ini terdapat perbedaan bermakna antara nilai kekerasan pada kelompok kontrol dan kelompok C dengan nilai p 0,003 (p<0.05)

Tabel 4. Pengaruh penambahan zirkonia terhadap kekerasan karbonat apatit

Kelompok Perbandingan	Nilai p* uji kekerasan
Kelompok kontrol dan A	0,200
Kelompok kontrol dan B	0,101
Kelompok kontrol dan C	0,003*
Kelompok A dan B	0,697
Kelompok A dan C	0,057
Kelompok B dan C	0,120

Ket: \*p<0.05

## PEMBAHASAN

Pada penelitian ini terjadi peningkatan nilai kekerasan pada karbonat apatit yang ditambahkan zirkonia. Berdasarkan karakterisasi SEM sintering awal terjadi pada partikel karbonat apatit. Karakteristik sintering tahap awal adalah adanya gambaran ikatan yang terbatas pada antar partikel<sup>6</sup> Selain itu beberapa daerah sintering dapat teramati dengan baik, hal ini disebabkan oleh ukuran partikel yang lebih kecil. Struktur zirkonia merupakan keramik bioinert yaitu stabil dalam tubuh manusia dan tidak menunjukkan respon yang berbahaya.

Zirkonia merupakan material keramik yang memiliki sifat mekanik tinggi, tahan terhadap korosi dan resisten terhadap kerusakan.<sup>8</sup> Sifat mekanik yang tinggi dari zirkonia menjadi bahan yang memperkuat karbonat apatit. Pada Tabel 2 secara jelas terlihat penambahan zirkonia sangat berpengaruh terhadap nilai kekerasan karbonat apatit. Penambahan

zirkonia dengan persentase yang berbeda sejalan dengan peningkatan nilai kekerasan karbonat apatit.

Pengolahan data masing-masing kelompok dilakukan secara statistik menunjukkan perbedaan bermakna hanya terjadi pada kelompok kontrol dan kelompok C. Hal tersebut dikarenakan pengaruh dari partikel karbonat apatit yang terpisah-pisah menyebabkan adanya porositas yang dapat dilihat pada hasil karakteristik SEM sehingga jika ada bahan lain yang ditambahkan sebagai bahan penguat maka dibutuhkan penambahan hingga 30% berat zirkonia untuk mendapatkan hasil yang berpengaruh signifikan.

Keramik merupakan bahan pilihan untuk restorasi estetik jangka panjang karena memiliki translusensi dan transmisi cahaya yang baik.<sup>9</sup> Implan berbasis zirkonia menjadi unggul dan populer saat ini. Oleh karena itu penggunaan zirkonia banyak digunakan dengan tujuan untuk memperbaiki sifat implan yang ada saat ini.<sup>10</sup>

Karbonat apatit memiliki kelemahan yaitu bentuk dan ukuran pori-pori tidak teratur dan tidak saling berhubungan satu sama lain, dengan kelemahan ini karbonat apatit menjadi mudah rapuh dan patah. Nilai kekerasan karbonat apatit diharapkan setara dengan nilai kekerasan tulang kortikal yang akan digantikan. Setelah peneliti melakukan penelitian pada nilai kekerasan karbonat apatit hasilnya menunjukkan nilai kekerasan 94,95 VHN.

Bahan zirkonia sebagai bahan penguat berhasil dilakukan pada penelitian ini. Hal ini diduga akibat adanya dispersi zirkonia pada pori-pori karbonat apatit. Zirkonia menambah kekerasan karbonat apatit dengan cara menutupi dari pori-pori yang dapat melemahkan karbonat apatit dan mencegah terjadinya patahan pada karbonat apatit.<sup>11</sup>

## **SIMPULAN**

Pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi persentase zirkonia yang ditambahkan pada karbonat apatit maka semakin tinggi pula nilai kekerasan karbonat apatit-zirkonia yang diperoleh.

## **UCAPAN TERIMA KASIH**

Ucapan terima kasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LPPM) Unjani dan Fakultas Kedokteran Unjani yang telah mendukung

pendanaan penelitian ini melalui skema Hibah Internal Tahun Anggaran 2019.

## **DAFTAR PUSTAKA**

1. Sulistioso G, Setyanto T, Purwaningsih H, Susanti S, Sitompul A. Pelapisan Hidroksiapatit Pada Logam KS-01 Dengan Metoda Sol - Gel. *J Kim dan Kemasan* [Internet]. 2011 Apr 28;33(1):90.
2. Anusavice K, Shen C, Rawls HR. *Phillips' Science of Dental Materials*. 12th ed. Anusavice K, editor. St. Louis, Missouri: Elsevier; 2013. 500–11 p.
3. Arissaputra T, Yelmida, Akbar F. Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Telur Itik Melalui Proses Pengendapan dengan Variasi Rasio Ca/P dan Kecepatan Pengadukan. *Jom FTEKNIK*. 2018;5:1–6.
4. Ana ID, Mada UG, Matsuya S. Engineering of Carbonate Apatite Bone Substitute Based on Composition-Transformation of Gypsum and Calcium Hydroxide. *Engineering*. 2010;2:344–52.
5. Ishikawa K, Arifta TI, Hayashi K, Tsuru K. Fabrication and evaluation of interconnected porous carbonate apatite from alpha tricalcium phosphate spheres. *J Biomed Mater Res - Part B Appl Biomater*. 2019 Feb;107(2):269–77.
6. Sidiqa A, Hardiansyah A, Chaldun E, Endro H. Preparation and Characterization of Zirconium Oxide-Doped Hydroxyapatite. *Key Eng Mater*. 2020;829:54–9.
7. Ramachandra Rao R, Kannan TS. Synthesis and sintering of hydroxyapatite-zirconia composites. *Mater Sci Eng C*. 2002;20(1–2):187–93.
8. Sahin E. Synthesis and Characterization of Hydroxiapatite - Alumina - Zirconia Biocomposites. *Izmir Institute of Technology*; 2006.
9. Louis B, Hargreaves K. *Cohen's Pathways of The Pulp Expert Consult*. 11th ed. Dolan J, editor. Mosby, Elsevier; 2016. 781–784 p.
10. Makvandi P, Gu JT, Zare EN, Ashtari B, Moeini A, Tay FR. Polymeric and inorganic nanoscopic antimicrobial fillers in dentistry. *Acta Biomaterialia*. *Acta Materialia Inc*; 2019. p. 69–101.
11. Montazerian M, Schneider JF, Yekta BE, Marghussian VK, Rodrigues AM, Zanutto ED. Sol-gel synthesis, structure, sintering and

properties of bioactive and inert nano-apatite-zirconia glass-ceramics. *Ceram Int* [Internet].

2015;41(9):11024-45. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.05.047>