

Identifikasi elemen resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid dengan energy dispersive x-ray dan gambaran mikrostruktur dengan scanning electron microscope

Kholidina Imanda Harahap

Departemen Ilmu Material dan Teknologi Kedokteran Gigi
Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Sumatra Utara

Harry Agusnar

Departemen Kimia
Fakultas MIPA Universitas Sumatra Utara

Sumadhi S

Departemen Ilmu Material dan Teknologi Kedokteran Gigi
Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Sumatra Utara

Abstrak

Resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid merupakan bahan restorasi estetis yang berisi silika sebagai bahan pengisi untuk memperbaiki sifat fisis, mekanis dan optis. Elemen yang terkandung di dalam resin komposit dapat menentukan sifat dari resin komposit. Pengamatan ini bertujuan untuk mengidentifikasi elemen dan gambaran mikrostruktur dari resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid menggunakan *energy dispersive x-ray* (EDX) dan *scanning electron microscope* (SEM). Bahan yang dipergunakan adalah resin komposit mikrohibrid (Solare F, Japan) dan nanohibrid (Brilliant G, Switzerland). Sampel dibuat berbentuk tablet dengan ukuran diameter 15 mm dan ketebalan 1 mm dan dipolimerisasi dengan sinar tampak biru dari *light-curing unit* (Litex 2000, China) selama 20 detik dengan jarak 2 mm. Sampel tersebut dipreparasi untuk diamati gambaran mikrostruktur dengan *scanning electron microscope* (SEM) dan elemen yang terkandung dengan *energy dispersive x-ray* (EDX). Sampel tersebut dipreparasi untuk diamati gambaran mikrostruktur dengan SEM dan elemen yang terkandung dengan EDX. Sebaran partikel bahan pengisi yang lebih renggang terlihat pada gambaran mikrostruktur resin komposit mikrohibrid. Dengan EDX didapatkan elemen-elemen C, O, Al, Si, Na, F, dan In pada resin komposit mikrohibrid dan C, O, Al, Si, dan Ti pada resin komposit nanohibrid dengan persentase berat elemen yang berbeda pada masing-masing resin komposit.

Korespondensi:

Kholidina Imanda Harahap

Departemen Ilmu Material
dan Teknologi Kedokteran
Gigi Fakultas Kedokteran Gigi
Universitas Sumatra Utara
drgdina@yahoo.com

Kata kunci: Resin komposit, EDX, SEM

Identification of elements microhybrid and nanohybrid of composite resin with energy dispersive x-ray and microstructure image with scanning electron microscopy

Abstract

Microhybrid and nanohybrid composite resins are an esthetical restoration materials which having silica as filler material for improving physical, mechanical and optical properties. Elements contained in composite resin influence its properties. The aims of this investigation are to identify the elements and microstructure images of microhybrid and nanohybrid composite resin by using energy dispersive x-ray (EDX) and scanning electron microscope (SEM). Microhybrid (Solare F, Japan) and nanohybrid (Brilliant G, Switzerland) composite resin are used in this study. Samples is build in tablet shape with 15 mm of diameter and 1 mm of thick and were polymerized at 2 mm cone distance and 20 s curing time by using visible blue light curing unit (Litex 2000, China). Sample then is prepared for SEM and EDX investigations to found out microstructure images and elements contained. Microstructure images show the distribution of filler particle in microhybrid composite resin more wide apart than nanohybrid composite resin. By using EDX C, O, Al, Si, Na, F, and In are found out in microhybrid composite resin and C, O, Al, Si and Ti in nanohybrid composite resin with different weight percentages in both of composite resin respectively.

Key words: Composite Resin, EDX, SEM

Pendahuluan

Resin komposit merupakan gabungan dari matriks resin yang berikatan dengan partikel *filler* melalui bahan pengikat (*coupling agent*). Selain ketiga bahan tersebut, inisiator dan akselerator juga ditambahkan untuk memicu polimerisasi resin. Matriks resin tersusun dari monomer-monomer yang akan berpolimerisasi membentuk jaringan polimer. Monomer yang paling banyak digunakan adalah *bisphenol-A-glycidyl methacrylate* (bis-GMA) dan *urethanedimethacrylate* (UDMA). Monomer bis-GMA merupakan monomer yang memiliki viskositas tinggi

dan untuk menurunkan viskositasnya ditambahkan pengencer berupa monomer *triethileneglycoldimethacrylate* (TEGDMA). Bahan pengisi (*filler*) berupa silika ditambahkan ke monomer untuk meningkatkan kekuatan, kekerasan dan mengurangi penyusutan karena polimerisasi.

Belakangan ini, ikatan partikel silika dengan barium, strontium, aluminium, zink atau zirkonium dipergunakan sebagai bahan pengisi resin komposit. Bahan *coupling agent* yang biasa digunakan adalah *silane* (*3-methacryloxypropyltrimethoxysilane*) yang berfungsi untuk merekatkan matriks resin dan bahan pengisi. Selain bahan

utama tersebut, ada beberapa bahan lain yang ditambahkan, yaitu inisiator berupa champorquinone, inhibitor (*monomethyl ether of hydroquinone*), UV absorber (*2-hydroxy-4-methoxy benzophene*), dan bahan pigmen (okside inorganik).^{1,2}

Elemen yang terdapat di dalam resin komposit menentukan sifatnya. Salah satunya, adalah Si sebagai bahan pengisi pada resin komposit. Penambahan Si dapat menghambat daya alir monomer dan meningkatkan viskositas. Untuk memberikan radiopasitas resin komposit, ditambahkan barium (Ba), strontium (Sr) dan Zirconium (Zr). Untuk mendapatkan warna resin komposit yang menyerupai warna gigi, ditambahkan oksida inorganik. Titanium oksida dan aluminium oksida ditambahkan ke dalam resin komposit untuk memberikan warna yang translusen dan opasitas.¹

Komposisi suatu bahan dapat diidentifikasi dengan berbagai metode, salah satunya dengan mempergunakan alat *energy dispersive x-ray* (EDX) yang dikombinasikan dengan *scanning electron microscope* (SEM). *Energy dispersive x-ray* (EDX) adalah teknik mikroanalisis kimia dengan cara mendeteksi sinar x yang keluar dari sampel

selama pemaparan pancaran elektron untuk mengkarakteristikkan komposisi kimia dari sampel yang dianalisa.

Sistem ini terdiri dari 3 (tiga) komponen utama, yaitu detektor sinar x yang dipisahkan dari ruang SEM dengan jendela polimer yang sangat tipis, untaian pengolahan getaran yang menentukan energi sinar x yang dideteksi, dan peralatan analisa yang menginterpretasikan data sinar x dan menampilkannya pada layar komputer.³

Gambaran mikrostruktur resin komposit dapat dilihat dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM). SEM merupakan jenis elektron mikroskop yang dapat menampilkan gambaran permukaan dan detail suatu spesimen dengan resolusi yang tinggi.⁴ Pengamatan ini bertujuan untuk mengetahui komposisi dan gambaran mikrostruktur dari resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid yang sudah dipasarkan.

Bahan dan cara

Pembuatan Sampel

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bahan restorasi resin komposit *light-cure* seperti yang terlihat pada tabel 1.

Tabel 1. Resin komposit yang digunakan pada penelitian ini

Bahan	No.Batch	Pabrik
Solare P (resin komposit mikrohibrid)	1008061	GC, Tokyo, Japan
Brilliant G (resin komposit nanohibrid)	C23564	Whaledent, Switzerland

Sampel dibuat berbentuk tablet dengan ukuran diameter 15 mm dan ketebalan 1 mm dari masing-masing resin komposit sebanyak 1 buah. Dengan menggunakan *master cast* dari *stainless steel*, bahan resin komposit dimasukkan ke dalam *mold* pada *master cast* dan dilapisi dengan *selophane sheet*. Kemudian bahan dipadatkan dengan meletakkan *glass slide* diatasnya dan diberi beban 500 gr selama 5 menit. Setelah 5 menit, beban diangkat dan bahan disinar dengan *light curing unit* LED (Litex,2000)

selama 20 detik dengan jarak penyinaran 2 mm. Sampel dikeluarkan dari *master cast* dan dirapikan.

Cara pengambilan data dan jumlah elemen dengan EDX

Sampel diletakkan pada alat EDX (edx 32/genesis/genmaps.spc) dan dianalisa pada beberapa area tertentu. Data yang diperoleh, berupa jenis dan jumlah elemen, akan dikonversi menjadi spektrum dari atom-atom pada sampel yang dianalisa.

Cara pengambilan gambaran mikrostruktur dengan SEM

Setelah dianalisa dengan EDX, sampel akan diobservasi dengan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM). Spesimen dipolis dan di-coating dengan Au. Spesimen diobservasi dengan menggunakan SEM dengan daya pengoperasian 10 kV dan pembesaran 1K, 3K, dan 5K.

Hasil

Jenis dan Jumlah Elemen Pada Resin Komposit

Elemen resin komposit yang terdeteksi dan persentase beratnya dapat dilihat pada tabel 2. Karbon terdeteksi baik pada resin komposit mikrohibrid maupun resin komposit

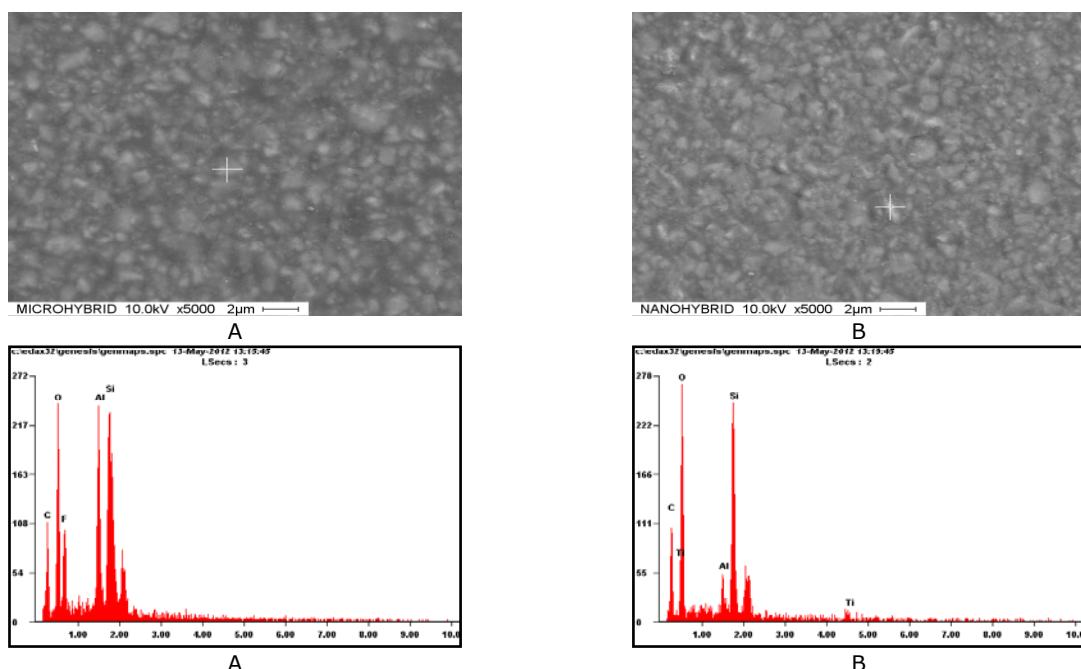
nanohibrid dengan persentase berat yang lebih besar pada resin komposit mikrohibrid. Silika dapat ditemukan pada kedua jenis resin komposit yang diuji dan merupakan komponen partikel bahan pengisi yang terbanyak pada bahan ini. Aluminium juga ditemukan pada kedua jenis resin komposit. Pada resin komposit mikrohibrid terdapat fluor, natrium dan indium yang tidak terlihat pada resin komposit nanohibrid. Pada resin komposit nanohibrid juga ditemukan titanium yang tidak terdeteksi pada resin komposit mikrohibrid.

Gambaran Mikrostruktur Pada Resin Komposit

Gambaran mikrostruktur resin komposit yang didapatkan dari SEM menunjukkan

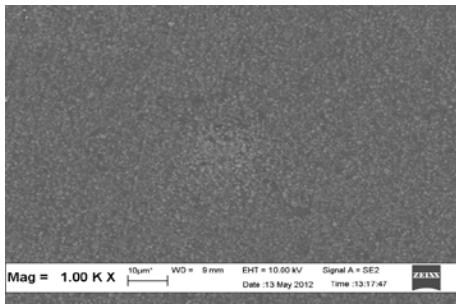
Tabel 2. Jenis dan persentase berat elemen yang terkandung pada resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid

Bahan	C (%wt)	O (%wt)	F (%wt)	Na (%wt)	Al (%wt)	Si (%wt)	In (%wt)	Ti (%wt)
RK Mikrohibrid	41,34	19,02	04,93	0,22	11,16	22,26	1,06	-
RK Nanohibrid	27,00	32,93	-	-	04,53	28,82	-	06,70

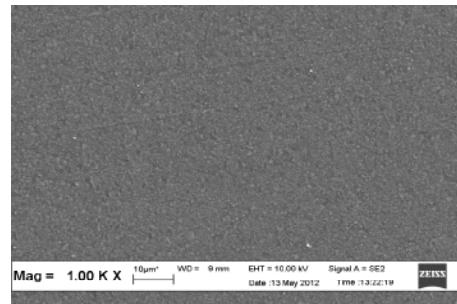


Gambar 1. Spektrum elemen resin komposit: A. Mikrohibrid, B.Nanohibrid

sebaran partikel bahan pengisi yang lebih renggang pada resin komposit mikrohibrid, seperti terlihat pada gambar 2A, 3A, dan 4A.

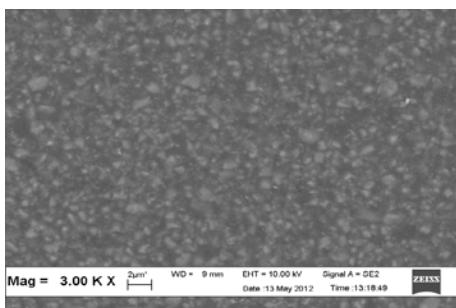


a

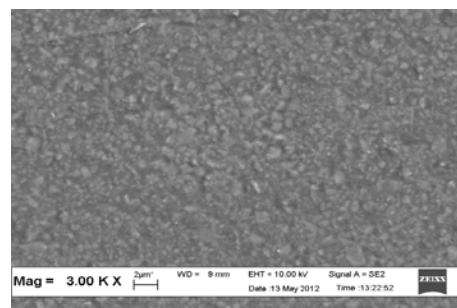


b

Gambar 2. Gambaran Mikrostruktur Permukaan Resin Komposit Dengan SEM (1K): A. Mikrohibrid; b. Nanohibrid

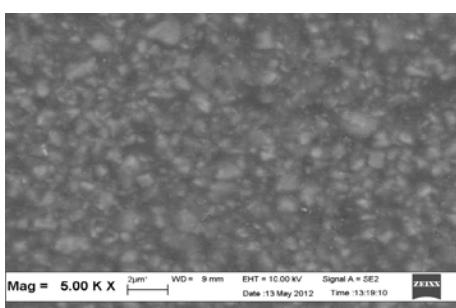


a

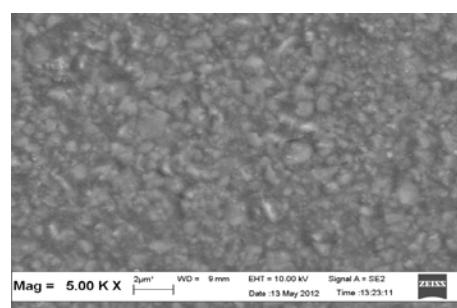


b

Gambar 3. Gambaran Mikrostruktur Permukaan Resin Komposit Dengan SEM (3K): a. Mikrohibrid: b. Nanohibrid



a



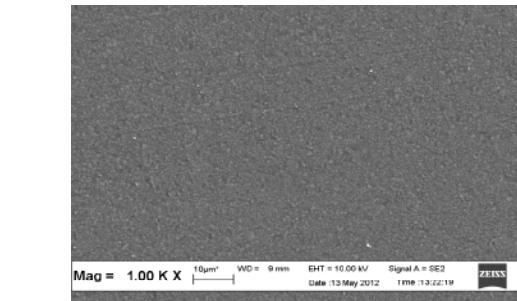
b

Gambar 4. Gambaran Mikrostruktur Permukaan Resin Komposit Dengan SEM (5K): a. Mikrohibrid; b. Nanohibrid.

Pembahasan

Spektrometer EDX merupakan instrumen yang dapat menganalisa elemen dari suatu material baik kualitatif ataupun kuantitatif. Alat EDX tidak merusak spesimen yang akan dianalisa dan dapat digunakan pada bahan padat, bubuk dan cairan.³

Sedangkan pada resin komposit nanohibrid partikel bahan pengisi tersusun lebih rapat, seperti terlihat pada gambar 2B, 3B, dan 4B.



a

b

Dari hasil analisa EDX menunjukkan variasi elemen yang beragam pada resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid, yaitu C, O, F, Na, Al, Si, In dan Ti dengan konsentrasi yang berbeda-beda pada tiap jenis resin komposit. Beberapa elemen yang sama terdapat pada resin komposit mikrohibrid dan nanohibrid, yaitu C, O, Al, dan Si.

Percentase berat C pada resin komposit mikrohibrid lebih besar dibandingkan dengan resin komposit nanohibrid. Hal ini berbanding terbalik dengan persentase berat Si, dimana pada resin komposit mikrohibrid persentase berat Si lebih kecil dibandingkan dengan resin komposit nanohibrid.

Asaka dkk⁵ mendapatkan Si sebagai partikel pengisi utama pada 8 jenis resin komposit yang dianalisa menggunakan EDX Fluorescence. Dijumpai juga Al pada semua resin komposit, kecuali pada resin komposit Filtek Supreme. Beberapa resin komposit mengandung Yb, Zr dan Sr, sedangkan Br ditemukan pada sebagian resin komposit yang memiliki partikel yang terpecah. Pada pengamatan yang dilakukan tidak ditemukan elemen Yb, Zr, Sr, dan Br, hal ini kemungkinan disebabkan perbedaan resin komposit yang digunakan.

Scougall-Vilchis dkk⁶ mendapatkan beberapa elemen yang sama pada 8 jenis resin komposit, yaitu C, O, dan Si dengan konsentrasi yang berbeda pada setiap jenis resin komposit setelah dianalisa dengan EDX. Si merupakan elemen partikel pengisi pada semua jenis resin komposit yang dianalisa pada penelitian ini. Penelitian ini juga mengobservasi gambaran mikrostruktur resin komposit. Bentuk dan ukuran partikel bahan pengisi berbeda pada setiap jenis resin komposit. Gambaran SEM resin komposit *nanofiller* menunjukkan partikel bahan pengisi yang lebih kecil dan homogen.⁶ Elemen yang didapatkan pada penelitian Scougall-Vilchis dkk⁶ juga didapatkan pada pengamatan ini.

Kesimpulan

Dari pengamatan yang dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut: Untuk mengetahui elemen yang terkandung di dalam resin komposit dapat dipergunakan alat *energy dispersive x-ray* (EDX)

spektrometer yang dikombinasi dengan *scanning electron microscope* (SEM). Persentase berat Si pada resin komposit mikrohibrid lebih kecil dibandingkan resin komposit nanohibrid. Sebaran partikel bahan pengisi pada resin komposit mikrohibrid lebih renggang dibandingkan pada resin komposit nanohibrid yang lebih padat.

Ucapan Terima Kasih

Penulis ingin mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada Prof. Zakaria dan Bapak Abd Rashid Selamat (Laboratorium Departemen Mineral Fakultas Science Bahan dan Mineral USM, Nibong Tebal Pineng, Malaysia) atas bantuannya dalam pengamatan ini.

Daftar Pustaka

1. Anusavice KJ. *Phillip's science of dental materials*. 11th ed., St.Louis: Elsevier., 2008. h. 399-437.
2. Powers JM, Sakaguchi RL. *Craig's restorative dental materials*. 12th ed., St.Louis: Mosby Elsevier; 2006. h. 190-200.
3. Russ JC. *Fundamentals of energy dispersive x-ray analysis*. London: Butterworths. 1984. h. 1-11.
4. Radiological and Environment Management. *Scanning electron microscope*. Purdue University: West Lafayette. 2010 [Diakses 2012 Jun 5]. Tersedia pada:<http://www.purdue.edu>.
5. Asaka Y dkk. *EDX fluorescence analysis and sem observations of resin composites*. J Oral Scie 2004;46(3):143-8.
6. Scougall-Vilchis RJ, Hotta Y, Hotta M, Idono M, Yamamoto K. *Examination of composite resins with electron microscopy, microhardness tester and energy dispersive x-ray microanalyzer*. Dent Mat J 2009;28(1):102-12.