

# **PENGARUH VARIASI WAKTU MILLING TERHADAP SIFAT FISIS SENGG FOSFAT DAN NANO *ZINC OXIDE***

**Dessy Mayasari, Drs. Siswanto, M.Si, Dyah Hikmawati, S.Si, M.Si**

Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga

## **ABSTRAK**

Telah dilakukan penelitian tentang variasi waktu milling terhadap semen gigi seng fosfat dan nanopartikel ZnO, dengan variasi waktu milling 0, 5, 10, 15 dan 25 menit. Semua sampel diuji dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*), kekerasan (*Vickers*) dan kekuatan tekan (*Autograph*). Hasil uji XRD menunjukkan fraksi volume *hopiete* ( $Zn_3(PO_4) + 4H_2O$ ) meningkat seiring bertambahnya waktu milling 25 menit dan fraksi volume ZnO menurun seiring bertambahnya waktu milling dengan nilai terendah sebesar 43,54% pada waktu milling 25 menit. Hal ini terjadi karena nano ZnO bereaksi dengan semen seng fosfat membentuk *hopiete*. Hasil uji kekerasan didapatkan nilai tertinggi sebesar 148,0 Mpa dan nilai tertinggi uji kekuatan tekan sebesar 401,8 Mpa meningkat seiring bertambahnya waktu milling 25 menit. Hal ini menunjukkan penambahan kandungan *hopiete* meningkatkan nilai kekerasan dan kekuatan tekan. Nilai ini cukup baik sebagai bahan penambal gigi, karena kekuatan tekan enamel gigi sekitar 250 – 550 Mpa.

**Kata kunci** : waktu milling , semen seng fosfat, nanopartikel *Zinc oxide*

## PENDAHULUAN

Semen gigi merupakan bahan penambal gigi pada mahkota gigi yang hilang. Bahan tersebut berisi partikel dari keramik berbahan dasar seng oksida dan magnesium oksida. Bubuk semen gigi dicampur dengan cairan yang berisi asam fosfat dan air. Semen gigi yang digunakan sebagai bahan tambal mempunyai kekuatan yang rendah dibandingkan resin komposit dan *amalgam*, tetapi dapat digunakan untuk daerah yang mendapat sedikit tekanan. Terlepas dari kekuatannya yang rendah, semen ini memiliki sifat khusus yang diinginkan yaitu sebagai alas penahan panas dibawah tambalan logam serta pelindung saraf dan pembuluh darah pada ruang pulpa sehingga digunakan pada hampir 60% restorasi. (Anusavice, 2003).

Semen gigi yang digunakan pada penelitian ini adalah semen seng fosfat (*zinc phosphate cement*) yang merupakan bahan semen tertua sehingga mempunyai catatan terpanjang dan tolok ukur bagi sistem-sistem yang baru (Anusavice, 2003). Seng fosfat memiliki sifat daya larut yang relatif rendah di dalam air dan keasaman semen yang cukup tinggi, sehingga diperlukan tambahan partikel yang dalam penelitian ini berupa nanopartikel ZnO. Penambahan nanopartikel ZnO memungkinkan terbentuknya *hopeite*  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  yang lebih banyak sehingga sifat mekaniknya meningkat dan menambah kekuatan semen sesuai dengan teori Holepack, sehingga diharapkan dapat meningkatkan kekuatan tekan yang lebih baik. Nilai kekuatan tekan yang diperoleh dari penelitian tersebut 9,917 MPa, ini jauh dari penelitian yang telah ada (Erick, 2011). Oleh karena itu diperlukan proses pencampuran dengan menggunakan HEM, sehingga diharapkan memiliki nilai yang sama. HEM membantu homogenisasi karena ukuran partikel yang semakin kecil dengan waktu pencampuran dan perubahan suhu yang diakibatkan tumbukan antar partikel.

Ukuran partikel dari semen seng fosfat maupun ZnO yang dibuat berukuran kecil (nano) akan mempermudah proses pencampuran. Kedua partikel tersebut jika dicampurkan akan menghasilkan campuran yang lebih keras dan memiliki daya tekan yang lebih besar. Semakin kecil ukuran suatu partikel maka semakin cepat proses pencampuran. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan melakukan uji XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, uji kekerasan dan uji kekuatan tekan.

## **METODE PENELITIAN**

### **Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *pipette*, cetakan sampel dari teflon, kaca, *stainless steel spatula*, neraca analitik, *Vickers Hardness*, *Compressive Strength*, *High Energy Milling* dan *X-ray Diffraction*.

### **Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Semen seng fosfat dalam bentuk serbuk, Nanopartikel *Zinc Oxide* serbuk (ZnO powder) dan Cairan semen seng fosfat.

### **Cara Kerja**

Persiapan bahan yang harus dilakukan sebelum melakukan penelitian adalah menyediakan serbuk semen seng fosfat murni dan cairan semen seng fosfat serta *zinc oxide* serbuk yang berukuran nano.

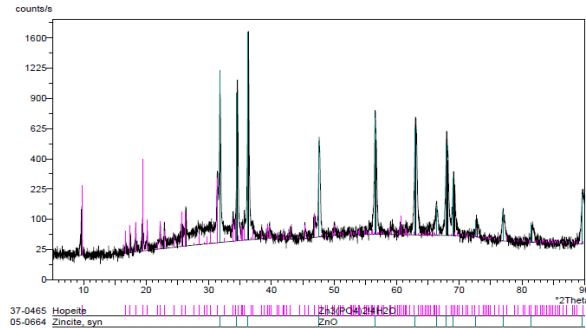
Komposisi bahan yang dipilih berupa semen seng fosfat dan nano ZnO dalam bentuk serbuk dengan perbandingan kadar semen seng fosfat (8,5) dan nano ZnO (1,5) serta cairan semen seng fosfat (Erick, 2011). Sebelum di beri cairan seng fosfat, terlebih dahulu semen seng fosfat di campur dengan ZnO yang berukuran nano dengan berat total kedua sampel 15 gram. Perbandingan kedua sampel tersebut sebesar 85% semen seng fosfat dan 15% ZnO yang akan menghasilkan nilai massa masing-masing sampel sebesar 12,75 gram semen seng fosfat dan 2,25 gram ZnO. Selanjutnya dilakukan pencampuran dengan menggunakan HEM dengan variasi waktu milling 0, 5, 10, 15 dan 25 menit.

Hasil dari pencampuran semen seng fosfat dan nano ZnO, akan dicampur dengan cairan semen seng fosfat beberapa mililiter dan diaduk secara merata dengan menggunakan spatula semen yang diletakkan di atas kaca slab. Setelah adonan tercampur secara merata (homogen) lalu diletakkan ke dalam cetakan dan di cetak sehingga terbentuk pellet dengan spesifikasi cetakan terbuat dari bahan teflon yang memiliki panjang 6 cm, lebar 4 cm, tebal 5 mm dan diameter 0,8 cm. Sampel yang telah di buat kemudian dilakukan uji kekerasan dan kekuatan tekan serta karakterisasi XRD.

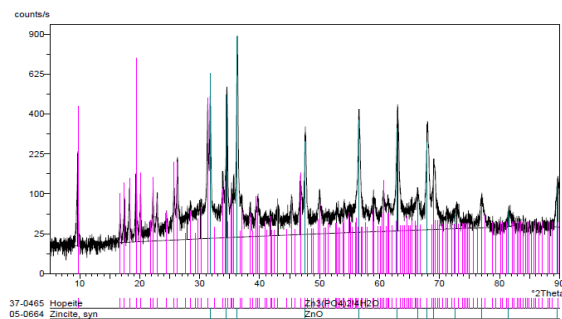
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Uji XRD

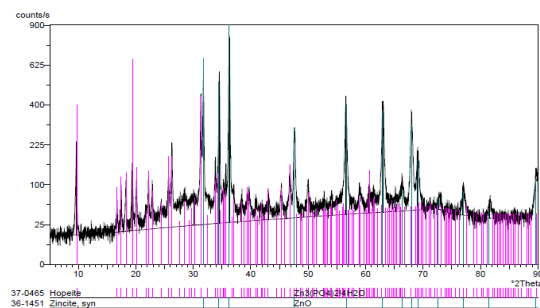
Grafik pola hasil XRD ditentukan fasa-fasanya dengan melakukan *search match*



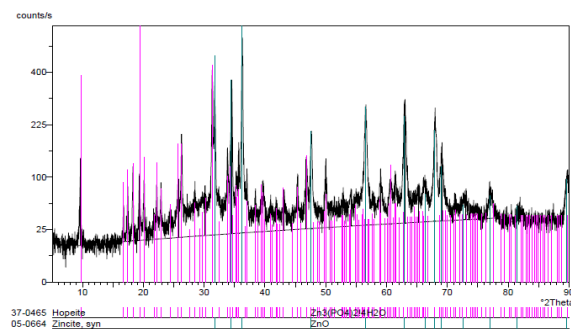
Gambar 1 (a) Grafik hasil *search match* XRD sampel dengan waktu milling 0 menit



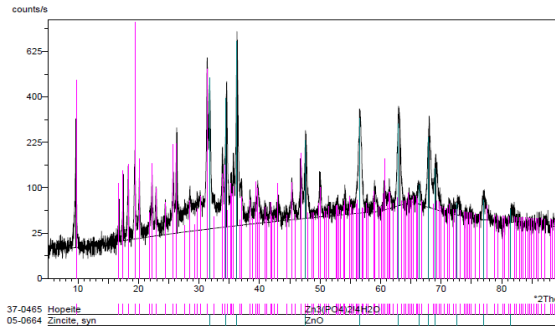
Gambar 1 (b) Grafik hasil *search match* XRD sampel dengan waktu milling 5 menit



Gambar 1 (c) Grafik hasil *search match* XRD sampel dengan waktu milling 10 menit



Gambar 1 (d) Grafik hasil *search match* XRD sampel dengan waktu milling 15 menit

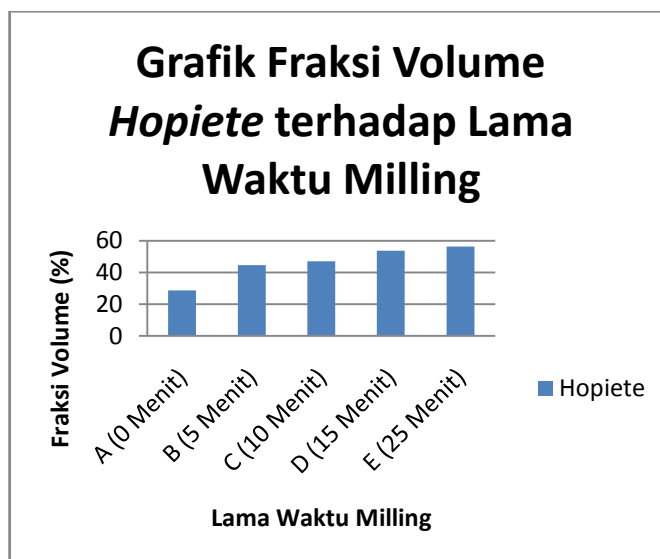


Gambar 1 (e) Grafik hasil *search match* XRD sampel dengan waktu milling 25 menit

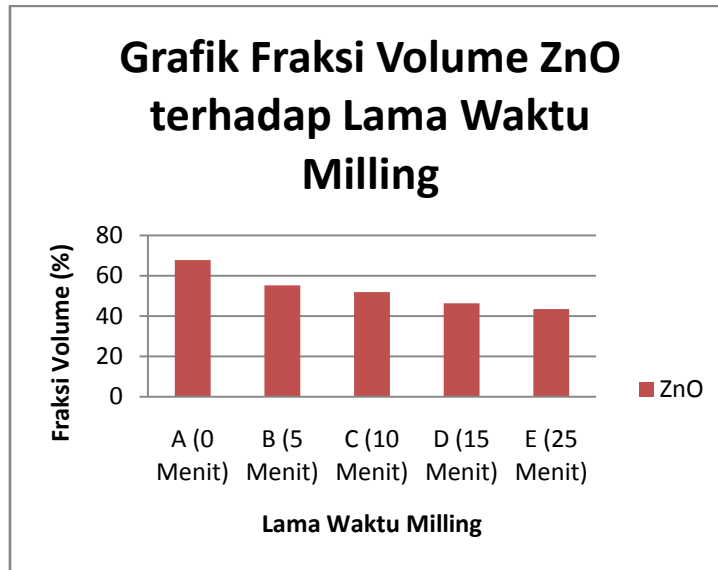
Hasil *search match* dapat diidentifikasi fasa puncak XRD yang digunakan untuk menghitung nilai fraksi volume sehingga dapat diketahui presentase fasa dari masing-masing fasa yang ada. Hasil perhitungan ditampilkan pada Tabel 1 dan digambarkan dengan grafik yang ditunjukkan pada Gambar 2 dan Gambar 3.

Tabel 1. Fraksi Volume

Sampel	Waktu Milling (Menit)	Fraksi Volume	
		Hopiete ( $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ )	ZnO
A	0	28,78 %	67,83 %
B	5	44,72 %	55,27 %
C	10	47,14 %	51,96 %
D	15	53,64 %	46,35 %
E	25	56,45 %	43,54 %



Gambar 2. Kurva Nilai Fraksi Volume *Hopiete*



Gambar 3. Kurva Nilai Fraksi Volume ZnO

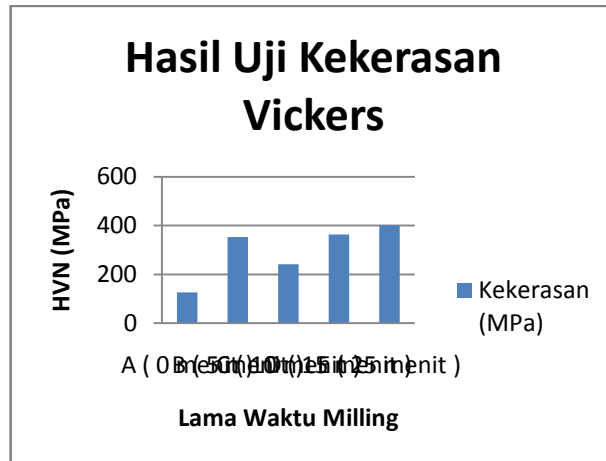
Gambar 2 dan Gambar 3 menunjukkan nilai fraksi volume antara ZnO dan  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  (*hopiote*). Nilai fraksi volume yang dihasilkan untuk  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  (*hopiote*) terjadi peningkatan seiring dengan lamanya waktu milling, sedangkan pada ZnO semakin lama waktu milling nilai fraksi volume yang dihasilkan semakin menurun.

### Hasil Uji Kekerasan

Nilai kekerasan masing-masing sampel diperoleh dari rata-rata nilai HVN tersebut. Hasilnya ditunjukkan pada Tabel 2 dan di grafikkan pada Gambar 4.

Tabel 2. Hasil Uji Kekerasan

No.	Sampel	Waktu Milling (Menit)	Test Load (kgf)	Dwell Time (detik)	D1 (mikro)	D2 (mikro)	HVN (MPa)
1.	A	0	204	10	92,00	89,98	44,76
2.	B	5	201	10	56,70	59,31	108,5
3.	C	10	202	10	63,52	54,91	104,6
4.	D	15	203	10	59,27	55,32	112,3
5.	E	25	200	10	46,34	52,75	148,0



Gambar 4. Kurva Hasil Uji Kekerasan

Tampak hasil uji kekerasan diperoleh nilai yang ditunjukkan pada Gambar 4, yang nilai dari hasil uji kekerasan yang dinyatakan dalam satuan MPa (Megapascal). Sampel A merupakan sampel semen gigi seng fosfat tanpa proses milling, nilai kekerasan sebesar 44,76 MPa. Sampel B sampai dengan Sampel E merupakan sampel semen gigi seng fosfat dengan proses milling masing-masing 5 menit, 10 menit, 15 menit dan 25 menit. Besarnya kekerasan sampel B, C, D dan E masing-masing adalah sebesar 108,54 MPa, 104,67 MPa, 112,35 MPa dan 148,03 MPa. Berdasarkan nilai kekerasan dari masing-masing sampel menunjukkan peningkatan nilai kekerasan seiring dengan lamanya waktu milling yang dilakukan, sedangkan pada sampel C nilai kekerasan yang dihasilkan mengalami penurunan, hal ini terjadi karena ukuran pellet yang dihasilkan berubah pada saat pengambilan dari cetakan, sehingga mempengaruhi kekerasan bahan semen gigi.

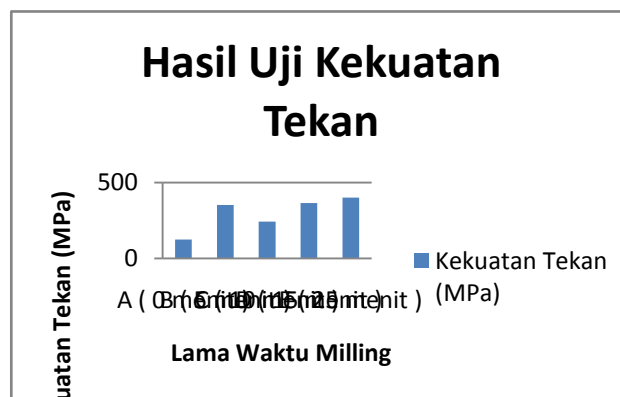
### Hasil Uji Kekuatan Tekan

Pengukuran kekuatan tekan pada sampel, yang dibuat dengan massa 0,6 gram dan 8 tetes cairan seng fosfat. Proses pengujian dilakukan dengan menekan sampel hingga patah dengan beban yang diberikan sebesar 100 kN.

Hasil dari pengujian kekuatan tekan dapat dilihat pada Tabel 3 dan kemudian hasilnya akan di grafikkan pada Gambar 5. antara nilai kekuatan tekan bahan terhadap variasi waktu milling.

Tabel 3. Hasil Uji Kekuatan Tekan

No.	Sampel	Waktu Milling (Menit)	F(N)	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> )	Kuat Tekan (MPa)
1.	A	0	5390	42,98 x 10 <sup>-6</sup>	125,407
2.	B	5	16856	47,75 x 10 <sup>-6</sup>	353,005
3.	C	10	10976	45,34 x 10 <sup>-6</sup>	242,082
4.	D	15	17836	48,99 x 10 <sup>-6</sup>	364,074
5.	E	25	20188	50,24 x 10 <sup>-6</sup>	401,831



Gambar 5. Kurva Hasil Uji Kekuatan Tekan

Gambar 5. menunjukkan nilai hasil uji kekuatan tekan yang dinyatakan dalam satuan MPa (Megapascal). Sampel A merupakan sampel semen gigi seng fosfat tanpa proses milling, nilai kekuatan tekan sebesar 125,407 MPa. Sampel B sampai dengan Sampel E merupakan sampel semen gigi seng fosfat dengan proses milling masing-masing 5 menit, 10 menit, 15 menit dan 25 menit. Besarnya kekuatan tekan Sampel B, C, D dan E masing-masing adalah sebesar 353,005 MPa, 242,082 MPa, 364,074 MPa dan 401,831 MPa. Berdasarkan nilai kekuatan tekan dari masing-masing sampel menunjukkan peningkatan kekuatan tekan seiring dengan lama waktu milling yang dilakukan, sedangkan pada sampel C nilai kekuatan tekan yang dihasilkan mengalami penurunan, hal ini terjadi karena ukuran pellet yang dihasilkan berubah pada saat pengambilan dari cetakan, sehingga mempengaruhi kekuatan tekan bahan semen gigi.

Nilai hasil kekuatan tekan yang diperoleh dengan proses milling menunjukkan bahwa lama waktu milling mempengaruhi kekuatan tekan bahan semen gigi, sehingga membantu proses homogenisasi dari campuran semen seng fosfat dan nano ZnO.

Selain sampel dengan massa 0,6 gram dan 8 tetes cairan seng fosfat, dilakukan pula pengujian sampel dengan massa dan jumlah tetes yang berbeda. Tabel 4.

menunjukkan nilai hasil uji kekuatan tekan tanpa proses milling dengan variasi massa semen seng fosfat dengan nano ZnO dan cairan semen seng fosfat. Nilai kekuatan tekan semakin meningkat seiring dengan penambahan massa semen seng fosfat dengan nano ZnO dari 0,5 gram menjadi 0,6 gram dan penambahan jumlah cairan seng fosfat yang diberikan sama banyaknya, Penambahan massa meningkatkan nilai kekuatan tekan dari 66,322 MPa dan 107,285 MPa. Sedangkan untuk massa 0,5 gram dan 0,7 gram dengan penambahan jumlah cairan seng fosfat yang diberikan dari 8 tetes menjadi 12 tetes meningkatkan nilai kekuatan tekan dari 66,322 MPa menjadi 403,782 MPa.

Nilai hasil kekuatan tekan yang diperoleh tanpa proses milling dengan variasi massa dan cairan semen seng fosfat menunjukkan bahwa selain massa, cairan semen seng fosfat mempengaruhi kekuatan tekan bahan semen gigi, semakin banyak cairan seng fosfat semakin besar nilai kekuatan tekan yang dihasilkan, sehingga membantu proses homogenisasi dari campuran semen seng fosfat dan nano ZnO.

Tabel 4. Hasil Uji Kekuatan Tekan Sampel Tanpa Milling

No.	Sampel		F (N)	Luas Permukaan (m <sup>2</sup> )	Kuat Tekan (MPa)
	Jumlah Gram	Jumlah Tetes			
1.	0,5	8	3332	50,24 x 10 <sup>6</sup>	66,322
2.	0,6	8	5390	50,24 x 10 <sup>6</sup>	107,285
3.	0,7	12	20286	50,24 x 10 <sup>6</sup>	403,782

## PEMBAHASAN

Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah campuran semen seng fosfat, nano ZnO dan cairan seng fosfat dengan perbandingan 85% semen seng fosfat dan 15% nano ZnO dari massa total 15 gram, sehingga didapatkan nilai massa masing-masing bahan sebesar 12,75 gram semen seng fosfat dan 2,25 gram nano ZnO. Sebelum dicampur dan dicetak, dilakukan proses milling pada semen

seng fosfat dan nano ZnO dengan variasi waktu 0, 5, 10, 15 dan 25 menit. Kemudian kedua bahan campuran tersebut masing-masing diambil 0,6 gram dengan penambahan 8 tetes cairan seng fosfat, setelah itu bahan dicampur dengan menggunakan pengaduk hingga bahan tercampur rata, pada saat proses pencampuran menggunakan pengaduk, waktu yang diperlukan masing-masing sampel berbeda, semakin lama waktu milling yang diberikan, maka semakin cepat kedua campuran mengeras. Hal ini dikarenakan proses milling mempengaruhi sifat homogen campuran bahan tersebut. Setelah bahan tercampur rata, kemudian bahan dicetak dan dibentuk sehingga membentuk pellet dengan diameter 8 mm dengan spesimen waktu 12 menit setiap sampel.

Pellet yang sudah jadi, kemudian dilakukan beberapa pengujian untuk mengetahui nilai fraksi volume *hopiete* pada uji XRD, kekerasan dan kekuatan tekan. Hasil Uji XRD yang dilakukan, digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terkandung dalam campuran, dari uji tersebut ditemukan nilai kandungan *hopiete* dan ZnO, kemudian dilakukan perhitungan fraksi volume untuk mendapatkan persentase nilai kedua campuran tersebut. Dari perhitungan fraksi volume didapatkan persentase nilai tertinggi untuk *hopiete* sebesar 56,45% pada variasi waktu milling 25 menit dan persentase nilai terendah sebesar 28,78% pada variasi waktu milling 0 menit (tanpa proses milling), sedangkan pada nano ZnO persentase nilai tertinggi sebesar 67,83% pada variasi waktu milling 0 menit (tanpa proses milling) dan persentase nilai terendah sebesar 43,54% pada variasi waktu milling 25 menit.

Hasil uji kekerasan menunjukkan nilai kekerasan yang cenderung meningkat dengan bertambahnya waktu milling. Nilai tertinggi yang didapatkan pada uji kekerasan sebesar 148,03 MPa dengan waktu milling 25 menit, sedangkan nilai terendah yang didapatkan sebesar 44,76 MPa dengan waktu milling 0 menit (tanpa proses milling). Hal ini dikarenakan proses milling mempengaruhi sifat homogen campuran bahan.

Hasil uji kekuatan tekan menunjukkan nilai kekuatan tekan yang cenderung meningkat dengan bertambahnya waktu milling. Nilai tertinggi yang didapatkan pada uji kekuatan tekan sebesar 401,831 MPa dengan waktu milling 25 menit, sedangkan nilai terendah yang didapatkan sebesar 125,407 MPa dengan

waktu milling 0 menit (tanpa proses milling), sedangkan nilai lapisan email (*enamel*) sekitar 250-550 MPa. Hal ini dikarenakan proses milling mempengaruhi sifat homogen campuran bahan.

Hasil dari beberapa pengujian tersebut dapat dilihat bahwa proses milling mempengaruhi nilai kekerasan, kekuatan tekan dan fraksi volume pada uji XRD. Nilai yang diperoleh menyatakan bahwa semakin lama waktu milling, maka nilai yang dihasilkan semakin besar. Hal ini dikarenakan pada saat proses milling, kedua campuran bahan tersebut tercampur secara merata (homogen).

## **KESIMPULAN**

Dari serangkaian penelitian dan analisis tentang pemberian nanopartikel ZnO ke dalam semen gigi seng fosfat (*zinc phosphate cement*) tanpa dan dengan variasi waktu milling diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

Hasil Uji XRD (*X-Ray Diffraction*) menunjukkan fraksi volume *hopiete* meningkat seiring dengan bertambahnya waktu milling, dengan nilai tertinggi dicapai pada waktu milling yaitu sebesar 25 menit dengan nilai yang dihasilkan sebesar 56,45 %, diikuti dengan menurunnya nilai fraksi volume nano ZnO dengan nilai terendah dicapai pada waktu milling 25 menit sebesar 43,54 %. Hal ini terjadi karena nano ZnO bereaksi dengan semen seng fosfat membentuk *hopiete*.

Nilai kekerasan dan kekuatan tekan dari semen gigi seng fosfat (*zinc phosphate cement*) meningkat seiring dengan lamanya waktu milling 25 menit dengan nilai uji kekerasan tertinggi sebesar 148,03 MPa dan nilai uji kekuatan tekan tertinggi sebesar 401,831 MPa. Hal ini menunjukkan penambahan kandungan *hopiete* meningkatkan nilai kekerasan dan kekuatan tekan.

## **DAFTAR PUSTAKA**

- Afif, K.M., 2011, Pengaruh Penambahan Nanopartikel Seng Oksida Terhadap Struktur Kristal Semen Seng Fosfat, Skripsi Fsaintek UNAIR, Surabaya
- Anusavice, J.K., 2003, *Philips : Buku Ajar Ilmu Bahan Kedokteran Gigi*, alih bahasa : Johan Arif Budiman dan Susi Purwoko, E.GC, Jakarta

- Combe,E.C., 1992, *Sari Dental Material*, alih bahasa : drg. Slamet Terigan, MS, PhD,  
Balai Pustaka, Jakarta
- Greenwood, Norman N. And A. Earnshaw., 1997, *Chemistry of the Elements 2<sup>nd</sup> Edition*.  
Oxford : Butterworth - Heinemann
- Hera, 2009, Konsep Laju Reaksi
- Noort,R.V., 1994, *Introduction to Dental Material*, Mosley, London
- Nikisami, 2011, Sintesis Nanopartikel dengan *High Energy Milling*
- Park C.K., Silsbee M.R., Roy D.M., 1998, *Setting Reaction and Resultant Structure of Zinc Phosphate Cement in Various Orthophosphoric Acid Cement-Forming Liquids*. Cement and Concrete Research 28 (1): 141-150. doi: 10.1016/S0008-8846(97)00223-8
- Rohman.N.T., 2009, *HKI Media/Vol.IV/No.3*. Tangerang : PUSPIPTEK, Serpong,  
Tangerang
- Servais.G.E. And L.Cartz., 1971, *Structure of Zinc Phosphate Dental Cement*. Wisconsin  
: College of Engineering, Marquette University, Milwaukee, Wisconsin, USA
- Van Vlack.L.H., 1985, *Ilmu dan Teknologi Bahan ( Ilmu Logam dan Bukan Logam ) Edisi Kelima*. Jakarta : Erlangga
- Widodo,R.W.E., 2011, Pengaruh Pemberian Nanopartikel ZnO Terhadap Mikrostruktur Semen Gigi Seng Fosfat, Skripsi Fsaintek UNAIR, Surabaya