

## Research Report

## Sifat fisik hidroksiapatit sintesis kalsit sebagai bahan pengisi pada sealer saluran akar resin epoxy

*(Physical properties of calcite synthesized hydroxyapatite as the filler of epoxy-resin-based root canal sealer)*

Emu Mulyawati,<sup>1</sup> Marsetyawan HNES,<sup>2</sup> Siti Sunarintyas,<sup>3</sup> dan Juni Handajani<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Departemen Konservasi Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Gadjah Mada

<sup>2</sup> Fakultas Kedokteran Universitas Gadjah Mada

<sup>3</sup> Departemen Biomaterial, Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Gadjah Mada

<sup>4</sup> Departemen Biologi Oral, Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Gadjah Mada  
Yogyakarta - Indonesia

### ABSTRACT

**Background:** The filler addition to resin based sealers will enhance the physical properties of the polymer. Because of its biological properties, the synthetic hydroxyapatite (HA) has been proposed as filler for dental material such as composite resin. The calcite synthesized HA is the HA produced of calcite minerals that came from many Indonesian mining. **Purpose:** The aim of study was to determine the effect of different concentration of calcite synthesized HA as the filler of the epoxy-resin-based root canal sealer on the physical properties such as its contact angle, the film thickness and the microhardness. **Methods:** The crystal of the calcite synthesized hydroxyapatite with the size between 77.721-88.710 nm and the ratio of Ca/P 1.6886 were synthesized at Ceramic Laboratory, Mechanical Engineering, using wet method of hydrothermal microwave. The powders of the epoxy- resin were prepared by added the synthesized hydroxyapatite crystal in 5 different weight ratios (e.g.: HA-10%, HA-20%, HA-30%, HA-40% and HA-50%). Each of these was mixed with the paste of 3:1 ratio using spatula on a glass plate until homogen and then measuring the contact angle and the film thickness. Microhardness test was conducted after the mixture of experimental sealer was stored for 24 hrs at 37 oC to reach perfect polymerization. **Results:** All of contact angles were <90o and were not significantly different to each other (p= 0.510). All groups had a film thickness in accordance with ISO 6876 (<50 um) and with no statistical difference (p= 0.858). In the HA of 10%, 20%, 30% seen that the microhardness were increased, while in the HA-50% was decreased and in the HA-40% has the same microhardness to the control groups (HA-0%). **Conclusion:** Calcite synthesized HA as the filler did not affect contact angle and film thickness of the sealer. Microhardness of the epoxy-resin based sealer could be increased using maximum 30% of the calcite synthesized HA as the filler.

**Key words:** Physical properties, contact angle, film thickness, micro hardness, calcite synthesized hydroxyapatite, root canal sealer

### ABSTRAK

**Latar belakang:** Penambahan bahan pengisi pada sealer berbahan dasar resin akan meningkatkan sifat fisik polimer. Karena sifat biologis bagus, hidroksiapatit (HA) sintetis digunakan sebagai bahan pengisi material kedokteran gigi seperti resin komposit. Hidroksiapatit sintesis kalsit merupakan HA yang dihasilkan dari mineral kalsit berasal dari berbagai daerah pertambangan di Indonesia. **Tujuan:** Penelitian ini bertujuan untuk meneliti pengaruh berbagai konsentrasi HA sintesis kalsit sebagai bahan pengisi sealer berbahan dasar resin epoksi terhadap sifat fisiknya yaitu sudut kontak, ketebalan film dan kekerasan mikronya. **Metode:** Kristal HA sintesis kalsit yang berukuran 7,721-88,710 nm dengan rasio Ca/P 1,6886 diperoleh dari sintesis di Laboratorium Keramik, Teknik Mesin, Universitas Gadjah Mada menggunakan wet method dengan microwave hidrotermal. Serbuk resin epoksi dipersiapkan dengan menambahkan kristal HA sintesis kalsit dalam lima konsentrasi yang berbeda yaitu HA-10%, HA-20%, HA-30%, HA-40% dan HA-50% (dalam berat). Masing-masing serbuk diaduk dengan pasta resin epoksi dengan perbandingan 3:1 menggunakan spatula di

atas glassplate hingga homogen, selanjutnya dilakukan pengukuran sudut kontak dan ketebalan film. Pengukuran kekerasan mikro dilakukan setelah sealer disimpan dalam inkubator 37 oC selama 24 jam sehingga mencapai polimerisasi sempurna. **Hasil:** Semua kelompok menunjukkan bahwa sudut kontak <90o dan menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan ( $p=0,510$ ). Semua kelompok menunjukkan bahwa ketebalan filmnya sesuai dengan ISO 6876 (<50 um) dan menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan ( $p=0,858$ ). Pada kelompok HA-10%, 20% dan 30% kekerasan mikronya meningkat, sedangkan pada HA-50% menurun dan HA-40% kekerasannya sama dengan kelompok kontrol (HA-0%). **Simpulan:** Penambahan hingga 50% HA sintesis kalsit sebagai bahan pengisi sealer resin epoksi tidak mempengaruhi sudut kontak dan ketebalan film. Kekerasan sealer dapat ditingkatkan dengan menambahkan HA sintesis kalsit maksimum hingga 30%.

**Kata kunci:** Sifat fisik, sudut kontak, ketebalan film, kekerasan mikro, hidroksiapatit sintesis kalsit, sealer saluran akar

Korespondensi (*correspondence*): Ema Mulyawati, Departemen Ilmu Konservasi Gigi, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Gadjah Mada. Jl. Denta I, Sekip Utara, Yogyakarta 55281. Indonesia. E-mail: emamulyawati@gmail.com

## PENDAHULUAN

Obturasi saluran akar (*root canal obturation*) bertujuan untuk mendapatkan penutupan hermetis sepanjang sistem saluran akar terutama di daerah apikal.<sup>1</sup> Kerapatan apikal menjadi parameter utama suatu bahan obturasi saluran akar yang akan mencegah terjadinya kebocoran apikal sebagai penyebab utama kegagalan perawatan saluran akar. Bahan obturasi saluran akar yang digunakan hingga saat ini adalah guta perca yang dalam aplikasinya harus dikombinasikan dengan sealer saluran akar (*root canal sealer*). Fungsi utama sealer adalah mengisi celah yang terjadi antara guta perca dan dinding saluran akar, sehingga bahan obturasi dapat menutup saluran akar baik ke arah apikal maupun lateral sehingga mencegah terjadinya kebocoran apikal.<sup>2,3</sup> Secara fisik sealer harus dapat melekat atau beradaptasi dengan baik pada dinding saluran akar. Sifat fisik yang mempengaruhi pelekatan sealer antara lain daya pembasahan (*wettability*) dan ketebalan film (*film thickness*).<sup>4</sup> Selain itu sealer harus mudah diaplikasikan pada dinding saluran akar, tidak mengerut setelah dimasukkan, radiopak, tidak mewarnai gigi, dan mudah dikeluarkan bila perlu.<sup>3,4</sup>

Pada saat ini sealer resin merupakan sealer yang paling banyak digunakan. Resin merupakan suatu polimer sintetik yang mempunyai sifat adaptasi baik pada dinding saluran akar yang disebabkan daya adhesinya tinggi dan perubahan dimensi kecil.<sup>5</sup> Sealer resin lambat mengeras dan dalam temperatur tubuh memerlukan waktu antara 9-15 jam, sehingga waktu kerja dan waktu *setting* cukup panjang.<sup>6</sup> Kekurangan sealer berbahan dasar resin adalah selalu mengalami pengerutan pada saat polimerisasi (*polimerization shrinkage*) sehingga mempengaruhi kerapatan apikalnya. Jenis resin yang banyak digunakan sebagai siler adalah resin-epoxy yang berbasis *bisphenol A-diglycidyl ether* dengan kandungan *hexamethylenetetramine* sebagai bahan katalisator dan *bismuth oxide* untuk sifat radiopaknya.<sup>5,6</sup>

Sampai saat ini belum ditemukan bahan yang memenuhi semua persyaratan ideal suatu sealer saluran akar. Hal ini

yang mendorong selalu dicari usaha untuk meningkatkan mutu suatu sealer, antara lain dengan menambahkan suatu bahan pengisi (*filler*) pada bahan sealer yang digunakan. Penambahan bahan pengisi pada sealer resin akan mengurangi pengerutan selama proses polimerisasi. Salah satu bahan alternatif yang banyak dikembangkan saat ini adalah kalsium fosfat termasuk hidroksiapatit (HA).<sup>7-9</sup> Hidroksiapatit sintesis sudah banyak digunakan dalam bidang kedokteran gigi antara lain sebagai bahan pengisi untuk beberapa material kedokteran gigi seperti resin komposit dan sistem adhesif,<sup>10,11</sup> bahan pengganti tulang alveolar yang memacu penyembuhan kerusakan tulang periodontal dan memacu osteointegrasi dari implan titanium.<sup>12-14</sup>

Hidroksiapatit merupakan senyawa kalsium berbentuk kristal heksagonal, yang dapat diperoleh dari tulang dan struktur jaringan keras gigi yaitu email dan dentin baik pada manusia maupun binatang.<sup>15</sup> Hidroksiapatit sintesis kalsit merupakan HA yang disintesis dari serbuk kalsit alami yang berasal dari beberapa daerah pertambangan di Indonesia.<sup>16</sup> Hidroksiapatit dapat disintesis dari kalsit dengan *wet method* menggunakan *hydrothermal microwave* melalui transformasi dengan hydrogen fosfat. Hasil sintesis kalsit melalui transformasi menghasilkan HA dengan ukuran diameter kristal berkisar antara 77,721–88,710 nm, sedangkan HA-200 antara 57,538–77,534 nm yang artinya ukuran kristal HA sintesis kalsit lebih stabil dibandingkan HA sintesis (HA-200). Pengujian karakteristik HA sintesis kalsit secara *atomic absorption spectroscopy* (AAS) didapatkan hasil bahwa rasio Ca/P HA sintesis kalsit 1,6886 sedangkan Ca/P HA secara stokiometri adalah 1,6667. Dari hasil tersebut disimpulkan bahwa kemurnian HA sintesis kalsit mendekati kemurnian HA stokiometri yang sudah terbukti biokompatibel terhadap jaringan.<sup>17</sup>

Penelitian ini bertujuan untuk meneliti pengaruh penambahan HA sintesis kalsit sebagai bahan pengisi (*filler*) siler resin epoxy terhadap sifat fisik sealer yaitu sudut kontak (*contact angle*), ketebalan film (*film thickness*) dan kekerasan mikro (*microhardness*).

## BAHAN DAN METODE

Kristal HA sintesis kalsit yang berdiameter antara 77,721- 88,710 nm dengan ratio Ca/P 1.6886 disintesis di Laboratorium Keramik, Jurusan teknik Mesin, Universitas Gadjah Mada. Sintesis dilakukan dengan *wet method* menggunakan *hydrothermal microwave*. Kalsit yang digunakan merupakan hasil olahan PT. Omya, Sidoarjo, Jawa Timur yang bersumber dari kalsit alami beberapa daerah pertambangan di Indonesia seperti Pacitan, Trenggalek Tulungagung, Kulon Progo, Gunung Kidul, Magelang, Bima dan Jeneponto.<sup>16</sup> Jenis sealer resin yang digunakan adalah siler resin epoxy (Dentsply, Germany) yang terdiri atas cairan (*liquid*) yang mengandung resin epoxy *A-diglycidyl ether* dan serbuk (*powder*) yang mengandung *hexamethylen-tetramine* 25% sebagai katalisator dan *bismuth oxide* 75% untuk sifat radiopaknya. Dipersiapkan serbuk resin yang telah ditambahkan kristal HA sintesis kalsit dengan formula kandungan HA 10%, 20%, 30%, 40% dan 50% (dalam berat).

Pencampuran sealer dilakukan secara manual di atas *glass plate* menggunakan spatula dengan perbandingan 3 volume unit *powder* dicampur dengan 1 volume unit resin. Pencampuran dilakukan hingga mendapatkan konsistensi yang homogen, yang akan putus bila diangkat ke atas 1,5-2,5 cm dari *glass plate*. Seterusnya dilakukan pengujian sifat fisik (*physical properties*) kelima kelompok *experimental sealer* yaitu siler HA-10%, HA-20%, HA-30%, HA-40%, HA-50% dan kelompok kontrol yaitu *siler resin epoxy* tanpa HA sintesis kalsit (HA-0%). Semua pengujian baik sudut kontak, *film thickness* maupun kekerasan mikro pada semua kelompok siler masing-masing dilakukan 5 kali ( $n=5$ ).

Daya pembasahan (*wettability*) dievaluasi dengan mengukur sudut kontak yaitu sudut internal ( $\theta$ ) antara siler (bahan adhesif) dengan substrat.<sup>4</sup> Bahan coba sealer sebanyak 0,3 ml diletakkan di atas *object glass* ukuran 2,5 x 7,5 cm dengan ketebalan 1 mm yang diletakkan pada bidang datar. Setelah 3 menit dari mulainya pencampuran siler, lalu diambil foto siler tersebut dari arah samping segaris dengan ketebalan *object glass*. Pengukuran sudut kontak dilakukan pada foto tersebut dengan menggunakan komputer. Sudut kontak merupakan resultan antara kekuatan adesif sealer-substrat dengan kekuatan kohesive siler.

Ketebalan film dievaluasi sesuai dengan pedoman dari ISO 6876.<sup>18</sup> Dipersiapkan dua buah *glass plate* ukuran 4,5 cm x 4,5 cm dengan ketebalan 5 mm. Kedua *glass plate* tersebut ditumpuk dan diukur ketebalan kombinasi keduanya menggunakan *sliding caliper* berskala micron (Sylvac S-Cal Pro, Swiss). Setelah itu bahan coba siler (*experimental sealer*) yang telah diaduk sebanyak 0,5 ml ditempatkan di tengah-tengah salah satu *glass plate* tersebut kemudian sealer ditekan menggunakan *glass plate* yang kedua. Setelah 3 menit dari mulainya pencampuran siler, diletakkan beban seberat 15 kg secara vertikal di atas *glass plate* kedua tersebut. Setelah 10 menit dari mulainya pencampuran sealer, ketebalan kedua *glass plate* dengan sealer di antara keduanya diukur menggunakan *sliding*

*caliper*. Perbedaan ketebalan antara kedua *glass plate* tanpa dan dengan sealer merupakan ketebalan film dari sealer tersebut. Pengukuran dilakukan empat kali pada masing-masing sisi *glass plate* dan diambil nilai reratanya.

Kekerasan mikro dievaluasi menggunakan Vickers Microhardness tester (HMT Shimadzu corp, Kyoto, Japan). Siler yang telah diaduk dimasukkan dalam cetakan logam bentuk diskus dengan ukuran 8 mm (diameter) x 2 mm (ketebalan) dan disimpan dalam inkubator 37°C selama 7x 24 jam hingga mencapai polimerisasi sempurna. Permukaan siler diratakan menggunakan *carborundum disc*. Uji kekerasan dilakukan dengan menekan siler menggunakan indenter yang terbuat dari batu intan berbentuk piramida selama 10 detik dengan beban sebesar 200 g. Pada bagian yang terkena indenter akan terbentuk cekungan berbentuk piramida, diukur panjang diagonal hasil indentasi tersebut pada dua sisi dan diambil reratanya.<sup>19</sup>

## HASIL

Uji normalitas data dievaluasi menggunakan uji Shapiro-Wilk, sedangkan homogenitas variansi menggunakan *Levene-test*. Pada pengujian sudut kontak dan ketebalan film didapatkan hasil data normal dan homogen selanjutnya dilakukan uji ANOVA satu jalur. Hasil pengukuran sudut kontak dan ketebalan film dapat dilihat pada Tabel 1. Pada kelima kelompok bahan coba sealer (*experimental sealer*) dari kandungan HA-10% hingga 50% dan kelompok kontrol (HA-0%) menunjukkan hasil bahwa besar sudut kontaknya berkisar antara 67,43° hingga 71,13°, yang berarti < dari 90°, dan tidak ada perbedaan antara semua kelompok tersebut ( $p=0,510$ ). Demikian juga ketebalan film pada semua kelompok menunjukkan bahwa ketebalan filmya <50,00 um, yang sesuai dengan standar ISO 6876, dengan hasil berkisar antara 44.85 hingga 47.85 um dan menunjukkan tidak ada perbedaan pada semua kelompok perlakuan ( $p= 0,858$ ).

**Tabel 1.** Nilai rerata dan standard deviasi (SD) sudut kontak dan ketebalan film sealer resin berbahan pengisi HA sintesis kalsit dengan berbagai konsentrasi

Persentase HA kalsit	Sudut kontak (°)	Ketebalan film (um)
	Rerata ± SD	Rerata ± SD
HA- 0%	71,13 ± 1,89	45,92 ± 3,04
HA- 10%	71,02 ± 1,75	44,85 ± 2,51
HA- 20%	68,98 ± 3,49	46,69 ± 3,16
HA- 30%	67,43 ± 2,57	47,85 ± 2,39
HA- 40%	68,72 ± 3,24	46,15 ± 2,70
HA-50%	70,07 ± 4,54	47,35 ± 2,27

Pada uji kekerasan mikro, varian tidak homogen ( $p<0,05$ ) sehingga data diuji menggunakan *Kruskal-Wallis* dan *Mann-Whitney*. Hasil uji kekerasan dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Nilai rerata dan standard deviasi (SD) kekerasan mikro siler resin berbahan pengisi HA sintesis kalsit dengan berbagai konsentrasi dalam *Vickers Hardness Number* (VHN)

Persentase HA kalsit	Kekerasan mikro (VHN)
	Rerata ± SD
HA-0%	64,28 ± 1,11
HA-10%	73,23 ± 2,55
HA-20%	77,31 ± 2,20
HA-30%	80,51 ± 0,74
HA-40%	65,37 ± 2,03
HA-50%	55,22 ± 1,59

**Tabel 3.** Hasil uji *Mann-Whitney* kekerasan mikro pada semua kelompok perlakuan siler resin berbahan pengisi HA sintesis kalsit dengan berbagai konsentrasi

Pasangan kelompok	p
HA- 0% - HA-10%	*0,009
HA- 0% - HA-20%	*0,008
HA- 0% - HA-30%	*0,009
HA- 0% - HA-40%	0,347
HA- 0% - HA-50%	*0,009
HA-10% - HA-20%	*0,045
HA-10% - HA-30%	*0,009
HA-10% - HA-40%	*0,009
HA-10% - HA-50%	*0,009
HA-20% - HA-30%	*0,026
HA-20% - HA-40%	*0,008
HA-20% - HA-50%	*0,008
HA-30% - HA-40%	*0,009
HA-30% - HA-50%	*0,009
HA-40% - HA-50%	*0,009

Keterangan: \* berbeda bermakna ( $p < 0,05$ )

Dari uji *Kruskal-Wallis* didapatkan hasil bahwa ada perbedaan pada semua kelompok perlakuan maupun kontrol ( $p < 0,05$ ) sehingga dilanjutkan dengan uji *Mann-Whitney*. Dari uji *Mann-Whitney* diketahui bahwa pada penambahan HA-10% kekerasannya lebih tinggi ( $p = 0,009$ ) dibandingkan HA-0%. Kekerasan siler HA-20% lebih tinggi dibandingkan dengan siler HA-0% ( $p = 0,008$ ) maupun HA-10% ( $p = 0,045$ ). Pada siler HA-30% kekerasannya lebih tinggi dibandingkan HA-0% ( $p = 0,009$ ), HA-10% ( $p = 0,009$ ) maupun HA-20% ( $p = 0,026$ ). Kekerasan siler HA-40% menurun dibandingkan dengan HA-30% ( $p = 0,009$ ), 20% ( $p = 0,008$ ) maupun 10% ( $p = 0,009$ ), tetapi tidak berbeda dengan siler HA-0% ( $p = 0,347$ ). sealer HA-50% menunjukkan kekerasan mikro yang lebih kecil ( $p < 0,05$ ) dibandingkan semua kelompok bahan coba sealer maupun kelompok kontrol (Tabel 3).

## PEMBAHASAN

Penambahan partikel bahan pengisi dapat meningkatkan viskositas bahan adesif.<sup>20</sup> Viskositas suatu bahan

berhubungan langsung dengan daya pembasahan (*wettability*) bahan tersebut. *Wettability* merupakan hasil interaksi molekuler antara adesif dengan aderen atau substrat yang merupakan perlawanan terhadap daya kohesi bahan adesif dan merupakan faktor yang sangat menentukan terjadinya adesi yang baik dengan aderen. Agar bahan adesif dapat mengalir dan melekat pada permukaan substrat viskositas bahan tersebut harus rendah.<sup>4</sup> *Wettability* secara tidak langsung dapat diketahui dengan mengukur sudut kontak. Secara umum dikatakan bahwa sudut kontak yang kecil didapatkan apabila tegangan permukaan bahan adesif rendah dan energi permukaan aderen atau substrat tinggi. Pada penelitian ini HA sintesis kalsit yang digunakan sebagai bahan pengisi berukuran kristal 77,721–88,710 nm<sup>17</sup> dan menunjukkan hasil bahwa viskositasnya tidak berbeda dengan yang tanpa penambahan bahan pengisi. Hal ini dapat dilihat dari pengukuran sudut kontak yang menunjukkan tidak ada perbedaan antara kelompok kontrol (tanpa HA) maupun semua kelompok sealer dengan tambahan bahan pengisi HA sintesis kalsit (kelompok HA 10%, 20%, 30%, 40% dan 50%). Pada semua kelompok menunjukkan bahwa sudut kontaknya  $< 90^\circ$ . Ini menunjukkan bahwa penambahan HA sintesis kalsit tidak mengubah kemampuan pembasahan (*wettability*) dari siler epoxy tersebut. Kemampuan pembasahan suatu adesif dikatakan baik apabila sudut kontaknya kurang dari  $90^\circ$  dan dikatakan ideal apabila adesif dapat menyebar di seluruh permukaan aderen dengan sudut kontak  $0^\circ$ .<sup>4</sup> Apabila bahan adesif sudut kontaknya  $< 90^\circ$  maka bahan adesif dapat mengalir dan melekat dengan mudah, artinya bahan sealer ini dapat mengalir, mengisi celah yang kosong antara guta perca dan dinding saluran akar, berpenetrasi pada permukaan dentin saluran akar tanpa menghasilkan porositas pada antar permukaannya. Pada akhirnya bahan sealer yang sudah berpenetrasi akan mengeras dan menghasilkan ikatan yang berpautan (*interlocking bonding*) dengan struktur mikro dari dentin saluran akar dan menghasilkan retensi mikromekanikal sehingga kerapatan apikalnya bagus. Pemilihan bahan-bahan resin epoxy sebagai siler antara lain karena sifat *flow*nya yang tinggi dan viskositasnya rendah. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa penambahan HA sintesis kalsit pada sealer resin hingga 50% terbukti tidak meningkatkan viskositasnya. Hal ini kemungkinan karena partikel HA kalsit yang digunakan sebagai bahan pengisi berukuran nano yaitu antara 77,721–88,710 nm, sehingga siler resin ini dapat digolongkan dalam klasifikasi *nanofiller*.

Pada uji ketebalan film (*film thickness*) semua kelompok siler baik kontrol maupun dengan penambahan HA sintesis kalsit menunjukkan bahwa ketebalan filmnya  $< 50$  um. Menurut ISO 6876 sesuai dengan cara pengujian yang dilakukan dikatakan bahwa ketebalan ideal suatu sealer tidak boleh melebihi 50 um.<sup>18</sup> Apabila ketebalan film bahan adesif melebihi 50 um maka bahan sealer akan sulit dimanipulasi sehingga mempengaruhi adaptasi sealer dengan dinding saluran akar. Pada penelitian ini terlihat bahwa penambahan HA sintesis kalsit tidak menurunkan

daya pembasahannya maupun meningkatkan ketebalan filmnya. Semakin tipis *film thickness* maka sealer akan semakin mudah diaplikasikan pada dinding saluran akar dan semakin mudah mengalir serta mengisi celah antara guta perca dengan dinding saluran akar.

Hasil pengukuran kekerasan mikronya, walaupun kekerasan mikro tidak berhubungan langsung dengan pelekatan, akan tetapi dapat dijadikan tolak ukur untuk menentukan tingkat polimerisasi atau derajat konversi sealer resin tersebut.<sup>21</sup> Derajat konversi merupakan jumlah persentase ikatan ganda karbon yang telah menjadi ikatan tunggal membentuk polimer. Derajat konversi diperoleh dengan mengurangi persentase ikatan rangkap karbon dari 100%.<sup>22,23</sup>

Hasil uji statistik menunjukkan bahwa penambahan hidroksiapatit sebagai bahan pengisi dapat meningkatkan kekerasan bahan sealer. Ini sesuai dengan hasil penelitian terdahulu yang menyatakan bahwa penambahan bahan pengisi dapat meningkatkan sifat fisik maupun mekanis suatu resin.<sup>24,25</sup> Selain meningkatkan kekerasan resin bahan pengisi dapat mengurangi koefisien termal ekspansi, pengerutan polimerisasi (*polymerization shrinkage*) dan memudahkan aplikasinya. Hidroksiapatit sintesis kalsit sebagai bahan pengisi tidak bereaksi dengan bahan-bahan *siler* tetapi partikelnya akan penetrasi diantara partikel-partikel resin epoksi, *hexamethylen-tetramine* dan *bismuth oxide*. Hidroksiapatit yang terdiri atas unsur kalsium dan fosfat, yang merupakan unsur utama jaringan keras gigi baik email maupun dentin, ternyata dapat meningkatkan kekerasan sealer.

Hasil penelitian didapatkan bahwa penambahan HA-10%, 20% dan 30% dapat meningkatkan kekerasan sealer. Akan tetapi pada penambahan HA-40% tidak menunjukkan peningkatan kekerasan walaupun apabila dibandingkan dengan HA-0% kekerasannya sama, sedangkan pada penambahan HA-50% terjadi penurunan kekerasan. Hal ini menunjukkan bahwa ada batasan tertentu pada penambahan bahan pengisi agar dapat meningkatkan sifat sealer. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa penambahan HA sintesis kalsit akan meningkatkan kekerasan apabila tidak lebih dari 30%, dan pada penambahan 30% menunjukkan kekerasan paling tinggi dibandingkan kelompok lainnya.

Penurunan kekerasan mikro pada kelompok HA-50% menunjukkan terjadi gangguan pada proses polimerisasi. Proses polimerisasi resin epoxy dipicu dengan adanya *hexamethylen-tetramine*. Penambahan hidroksiapatit yang melebihi volume *hexamethylen-tetramine* sebagai katalisator, jumlahnya menjadi tidak cukup untuk menghasilkan reaksi polimerisasi yang sempurna. Polimerisasi yang tidak sempurna akan menyisakan lebih banyak monomer sisa yang tidak berikatan, akibatnya kekerasan sealer akan menurun. Kekerasan sealer rendah menunjukkan bahwa polimerisasi tidak sempurna atau derajat konversinya rendah, secara tidak langsung akan mempengaruhi kerapatan apikalnya. Sealer resin yang tidak terpolimerisasi sempurna akan meningkatkan sensitivitas

sealer terhadap lingkungan. Idealnya resin sealer yang terpolimerisasi dengan sempurna akan mempunyai sifat fisik dan kimiawi yang sempurna yang ditunjukkan dengan tidak larutnya sealer pada lingkungan lembab. Pada penggunaan klinis sealer selalu akan berkontak dengan jaringan yang lembab yaitu jaringan periodontal karena adanya foramen apikal, kanalis lateralis maupun asesoris yang menghubungkan bahan obturasi saluran akar dengan jaringan periodontal.

Sealer dengan derajat konversi yang rendah atau yang tidak terpolimerisasi sempurna akan lebih mudah larut dalam jaringan periodontal. Pada kondisi lembab monomer yang tidak terpolimerisasi akan lebih cepat terlepas dari resin polimer sehingga mempengaruhi sifat fisik sealer yaitu mengurangi adaptasi sealer dengan dinding saluran akar.<sup>26,27</sup> Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada batasan tertentu penambahan HA sintesis kalsit sebagai bahan pengisi (*filler*) dapat meningkatkan sifat fisik bahan yang berarti meningkatkan kualitas bahan, sebaliknya pada batasan tertentu penambahan bahan pengisi HA justru menurunkan kualitas fisik bahan. Penambahan bahan pengisi juga dipercaya akan mengurangi pengerutan polimerisasi sealer resin ini. Pengerutan polimerisasi terjadi selama proses polimerisasi berlangsung, yaitu dengan memendeknya jarak antar monomer.<sup>28</sup> Bahan pengisi HA sintesis kalsit yang berpenetrasi di antara partikel monomer *epoxy A-diglycidyl*, *hexamethylen-tetramine* dan *bismuth oxide* akan mencegah terjadinya pemendekan jarak antar monomer sehingga pengerutan polimerisasinya juga berkurang.

Dari penelitian ini didapatkan hasil bahwa penambahan HA sintesis kalsit 10% hingga 50% sebagai bahan pengisi *siler resin epoxy* tidak mempengaruhi kemampuan pembasahan (*wettability*) dan ketebalan film (*film thickness*) tersebut, artinya secara fisik *siler* tersebut memenuhi syarat utama *siler* saluran akar. Selain itu penambahan HA sintesis kalsit hingga 30% dapat meningkatkan kekerasannya, tetapi penambahan hingga 50% justru menurunkan kekerasannya. Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa penambahan hingga 50% HA sintesis kalsit sebagai bahan pengisi *siler resin epoksi* tidak mempengaruhi sudut kontak dan ketebalan film sedangkan kekerasan sealer dapat ditingkatkan dengan menambahkan HA sintesis kalsit maksimum hingga 30%.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Glickman GN, Walton RE. Obturation. In: Torabinejad M, Walton RE, eds. Endodontic principles and practice. 4<sup>th</sup> ed. China: Saunders Elsevier; 2009. p. 298-339.
2. Johnson WT, Kulild JC. Obturation of the cleaned and shaped root canal system. In: Hargreaves, Cohen, eds. Pathways of the pulp. 10<sup>th</sup> ed. China: Mosby Elsevier; 2011. p. 349-88.
3. Gutmann JL, Dumsha TC, Lovdahl PE. Problem solving in endodontics. 4<sup>th</sup> ed. St. Louis: Mosby Elsevier; 2006. p. 197-238.
4. Sakaguchi RL, Power JM. Craigs restorative dental materials. 12<sup>th</sup> ed. Philadelphia: Mosby Elsevier; 2012. p. 327-47.

5. Roberts S, Kim JR, Gu LS, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH, Tay FR. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH plus-contaminated dentin. *J Endod* 2009; 35(4): 563-7.
6. Huang TH, Yang JJ, Li H, Kao CT. The biocompatibility evaluation of epoxy resin-based root canal sealers in vitro. *Biomaterials* 2002; 23(1): 77-83.
7. Markovic D, Zivijinovic V, Kokovic V, Jokanovic V. Hydroxyapatite as root canal system filling material: cytotoxicity testing. *Materials Science Forum* 2004; 453: 555-60.
8. Khashaba RM, Moussa MM, Chutkan NB, Borke JL. The response of subcutaneous connective tissue to newly developed calcium phosphate-based root canal sealers. *Int Endod J* 2011; 44(4): 342-52.
9. Collares FM, Leitune VC, Rostirolla FV, Trommer RM, Bergmann CP, Samuel SM. Nanostructured hydroxyapatite as filler for methacrylate-based root canal sealers. *Int Endod J* 2012; 45(1): 63-7.
10. Domingo C, Arcís RW, Osorio E, Osorio R, Fanovich MA, Rodríguez-Clemente R, Toledano M. Hydrolytic stability of experimental hydroxyapatite-filled dental composite materials. *Dent Mater* 2003; 19(6): 478-86.
11. Shojai S. Effect of HA nanofiber on the properties of dental adhesive. *Dental Mater* 2010; 26: 471-82.
12. Hayashi Y, Imai M, Yanagiguchi K, Vilorio IL, Ikeda T. Hydroxyapatite applied as direct pulp capping medicine substitutes for osteodentin. *J Endod* 1999; 25(4): 225-9.
13. Anusavice KJ. *Phillips science of dental material*. 11<sup>th</sup> ed. St Louis: Elsevier Science; 2003. p. 752-53.
14. Okamoto H, Arai K, Matsune K, Hirukawa S, Matsunaga S, Kiba H. The Usefulness of new hydroxyapatite as a pulp capping agent in rat molars. *J Oral Med Sci* 2006; 5: 50-6.
15. Hargreaves KM, Goodis HE. *Seltzer and Bender's: dental pulp*. 3<sup>rd</sup> ed. China: Quintessence Book Pub Co, Inc; 2002. p. 309-24.
16. Sukandarrumidi. *Bahan galian industri*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press; 2004. h. 45-105.
16. Syamsudin. *Analisis uji tekan dan porositas materials kompaksi sinter Ha-ZnO sebagai material substitusi tulang*. Tesis. Yogyakarta: Sekolah Pasca Sarjana Universitas Gadjah. Mada; 2010. h. 43-72.
17. Bhavan M, Shah B, Marg Z. ISO 6876: Indian standard. *Dental root canal sealer materials*. New Delhi: Bureau of Indian Standards; 2012. p. 1-5.
18. Safarcherati H, Alaghehmand H. Hardness of composite resin polymerized with different light-cure units. *Caspian J Dent Res* 2012; 1: 32-5.
19. Hanemann T. Influence of particle properties on the viscosity of polymer alumina composit. *Ceramics International* 2008; 34: 2099-105.
20. Thiab SS. Influence of light curing method and curing time on the surface hardness and degree of cure in composite resins. *J Babylon Univ* 2012; 2: 778-95.
21. Finan L, Palin WM, Moskwa N, McGinley EL, Fleming GJ. The influence of irradiation potential on the degree of conversion and mechanical properties of two bulk-fill flowable RBC base materials. *Dent Mater* 2013; 29(8): 906-12.
22. Salazar DC, Dennison J, Yaman P. Inorganic and prepolymerized filler analysis of four resin composites. *Oper Dent* 2013; 38(6): E201-9.
23. Hervás-García A, Martínez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2006; 11(2): E215-20.
24. Lombardini M, Chiesa M, Scribante A, Colombo M, Poggio C. Influence of polymerization time and depth of cure of resin composites determined by Vickers hardness. *Dent Res J (Isfahan)* 2012; 9(6): 735-40.
25. Malacarne J<sup>1</sup>, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MR. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006; 22(10): 973-80.
26. Ghulman MA. Effect of cavity configuration (C factor) on the marginal adaptation of low-shrinking composite: a comparative ex vivo study. *Int J Dent* 2011; 2011: 159749.
27. Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM. A new method to measure the polymerization shrinkage kinetics of light cured composites. *J Oral Rehabil* 2005; 32(4): 304-14.