

# Penelitian struktur, karakteristik fasa Cu<sub>3</sub>Sn, Ag<sub>3</sub>Sn, Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> dan peran palladium pada stabilitas termal fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> serta perhitungan teoritis modulus elastisitas komposit amalgam tembaga tinggi

Ellyza Herda, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=90927&lokasi=lokal>

---

## Abstrak

Sampai saat ini bahan tambal amalgam khususnya amalgam tembaga tinggi masih banyak dipakai sebagai restorasi. Ukuran kualitas material yang dapat dianggap sesuai untuk memprediksi perilaku klinik suatu material restorasi adalah sifat kekakuan (modulus elastisitas) dan struktur mikro. Pada penelitian ini dibuat fasa Cu<sub>3</sub>Sn dan Ag<sub>3</sub>Sn (fasa-fasa yang ada di dalam paduan amalgam tembaga tinggi) dan fasa Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> (fasa yang ada di dalam amalgam tembaga tinggi) untuk mendapatkan modulus elastisitas dan gambaran struktur mikro dan fasa-fasa tersebut. Selain itu dibuat dua macam paduan amalgam tembaga tinggi yaitu tanpa palladium dan dengan penambahan 7 w/o palladium untuk mengetahui efek penambahan 1 w/o Pd terhadap stabilitas termal fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> (fasa matriks amalgam tembaga tinggi). Salah satu amalgam tembaga tinggi komersial ("valiant" dipakai sebagai model komposit untuk mendapatkan nilai modulus elastisitas teoritis dari suatu komposit amalgam tembaga tinggi.

Fasa Cu<sub>3</sub>Sn (Cu-38,37 w/o Sn), Ag<sub>3</sub>Sn (Ag-26,84 w/o Sn), Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> (Cu-60,87 w/o Sn) dan Cu-85 w/o Sn dibuat dengan teknik pengecoran. Hasil cor didinginkan dengan 3 cara yaitu di udara terbuka (UT), disemprot udara (SU) dan dicelup ke dalam air (CA), kecuali paduan Cu-85w/o Sn dilakukan hanya dengan 1 cara pendinginan yaitu di udara terbuka (UT). Identifikasi fasa diuji dengan teknik difraksi sinar-x (XRD) dan analisa termal menggunakan Differential Scanning Calorimetry (DSC). Gambaran struktur mikro didapat dari uji metalografi dan SEM + EDS. Untuk mendapatkan modulus elastisitas fasa-fasa tersebut dilakukan uji ultrasonik.

Pembuatan paduan amalgam tembaga tinggi tanpa Palladium (60 w/o Ag-27 w/o Sn-13 w/o Cu = amalgam 1) dan dengan Palladium (59 w/o Ag-27 w/o Sn-13 w/o Cu-1 w/o Pd amalgam 2) dilakukan dengan teknik pembuatan seperti yang dikerjakan di Logam Mulia. Spesimen amalgam dibuat dengan rasio paduan amalgam : Hg adalah 1 : 1.15. Bentuk, ukuran dan cara pembuatan spesimen mengikuti standard ADA sp no. 1. Spesimen kemudian disimpan selama 7 hari dan 18 bulan pada temperatur 37° C. Pada spesimen umur 7 hari dilakukan analisa difraksi sinar-x, analisa termal dengan DSC dan Thermogravimetri (TG), sedangkan pada spesimen umur 18 bulan hanya dilakukan analisa termal menggunakan DSC.

Dari hasil analisa XRD dan DSC didapat bahwa pembuatan fasa Cu<sub>3</sub>Sn dengan komposisi Cu-38,37 w/o Sn menghasilkan fasa Cu<sub>3</sub>Sn. Sedangkan pembuatan fasa Ag<sub>3</sub>Sn dengan komposisi Ag-26,84 w/o Sn menghasilkan fasa Ag<sub>3</sub>Sn + fasa eutektik dan jumlah fasa eutektik semakin besar dengan semakin cepatnya pendinginan. Paduan dengan komposisi Cu-60,87 w/o Sn tidak dapat menghasilkan fasa tunggal Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> melainkan menghasilkan fasa Cu<sub>3</sub>Sn + Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> + Sn, sedangkan paduan Cu-85 w/o Sn memberikan fasa Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> + Sn. udara terbuka (UT) umumnya lebih besar dibandingkan dengan paduan yang disemprot udara (SU) dan dicelup ke dalam air (CA). Nilai modulus Bulk dari paduan Cu-38,37 w/o Sn SU lebih besar dari

pada paduan Cu-38,37 w/o Sn UT dan CA, sedangkan modulus Bulk paduan Ag-26,84 w/o Sn UT, SU dan CA kurang lebih sama. Nilai modulus Young dan modulus Geser dari fasa Cu<sub>3</sub>Sn (salah satu fasa penguat di dalam amalgam tembaga tinggi) lebih besar dari pada modulus Young dan modulus Geser fasa Ag<sub>3</sub>Sn.

Amalgam Valiant yang dipakai sebagai model komposit mengandung 0,6116 fraksi volume fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> (matriks), 0,1598 fasa Cu<sub>3</sub>Sn (penguat) dan 0,2288 fasa Ag<sub>3</sub>Sn sisa (penguat). Hasil perhitungan modulus Young teoritis dari komposit amalgam tembaga tinggi terletak dalam rentang 75-80 GPa. Nilai modulus longitudinal komposit amalgam berbeda 5,4 % (penguat UT), 4,7% (penguat SU), dan 3,5% (penguat CA) dengan nilai modulus Longitudinal eksperimen.

Hasil analisa difraksi sinar-x menunjukkan bahwa pada amalgam 2 tidak terbentuk fasa Sn<sub>7</sub>Hg. Hasil analisa termal dengan DSC menunjukkan bahwa pada amalgam 1 terbentuk 2 macam fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> yaitu dengan temperatur transisi 88° dan 109° C. Pada amalgam 2 terbentuk 1 macam fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> dengan temperatur transisi 110,7° C. Aging selama 18 bulan menaikkan temperatur transisi fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub>. Dari hasil analisa termal dengan TG didapat bahwa pada saat transformasi fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> tidak terjadi pelepasan uap Hg dan fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> mengalami dekomposisi pada temperatur 390° C (amalgam 1) dan 410° C (amalgam 2).

Dari hasil penelitian ini dapat ditarik kesimpulan bahwa morfologi struktur mikro mempengaruhi modulus elastisitas suatu material dan morfologi struktur mikro dipengaruhi oleh kecepatan pendinginan saat proses solidifikasi. Modulus elastisitas fasa Cu<sub>3</sub>Sn yang besar dapat menguatkan paduan amalgam tembaga tinggi. Modulus Young komposit amalgam tembaga tinggi teoritis yang besarnya 75-80 GPa mendekati nilai modulus Young email gigi (76,9 GPa) dengan demikian dapat diprediksi bahwa amalgam tembaga tinggi akan menghasilkan restorasi gigi yang kuat. Penambahan 1 w/o Pd ke dalam amalgam tembaga tinggi (13 w/o Cu) menstabilkan amalgam dengan jalan mencegah pembentukan fasa Sn<sub>7</sub>Hg dan membentuk fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> dengan temperatur transisi yang lebih tinggi. Merkuri di dalam amalgam terikat kuat pada perak dan fasa Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> mengalami dekomposisi pada temperatur yang jauh di atas temperatur normal yang dapat terjadi di dalam mulut.

Until now amalgam restoration especially high copper amalgam is still widely used. The material quality measurement that is considered acceptable for a material restoration in clinical behavior is the rigidity (modulus of elasticity) and microstructure. Cu<sub>3</sub>Sn and Ag<sub>3</sub>Sn phases (phases in high copper amalgam alloy) and Cu<sub>6</sub>Sn<sub>6</sub> phase (phase within high copper amalgam) were made in this research in order to obtain the modulus of elasticity and microstructure. Furthermore, The lathe cut type of high copper amalgam alloys, with the following compositions (weight percent = w/o) : 60%Ag-27%Sn-13%Cu and 59%Ag-27%Sn-13%Cu-1 %Pd were also fabricated in order to investigate the effects of palladium on the thermal behavior of the Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> phase. The commercially available high copper amalgam (Valiant-USA) was used as a composite model in order to get the modulus of elasticity theoretically from a high copper amalgam composite.

Cu<sub>3</sub>Sn (Cu-38,37 w/o Sn), Ag<sub>3</sub>Sn (Ag-26,84 w/o Sn), Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> (Cu-60,87 w/oSn) and Cu-85 w/o Sn phases were made by casting method. The casting specimens were subjected to different cooling rate condition. The first casting specimen was allowed to solidify at room temperature (UT), the second casting specimen was blown by air (SU), and the third was quenched in water (CA). These casting specimens were subsequently

analyzed by using X-ray diffraction (XRD) and Differential Scanning Calorimetric (DSC) techniques. The microstructure of the specimens were examined using standard metallography and SEM + EDS technique. A non destructive technique is the most preferable evaluation method for the elastic property of these phases, that is by utilizing longitudinal and transversal waves velocity employed by ultrasonic pulse-echo method.

The manufacturing process and procedure to obtain the high copper alloys were the same as the ones to produce low copper alloys. Amalgam specimens were prepared from two different composition alloys according to the American Dental Association specification No.1. Trituration parameters for amalgamation were prepared with Hg : Alloy ratio of 1.15 :1. Amalgam specimens without Palladium is referred here as amalgam I and the amalgam (1 w/o Pd) is referred as amalgam2 (which were stored for 7 days at 37° C). These two amalgams were subsequently analyzed using X-ray diffraction technique. The thermal behavior of the samples held for 7 days and 18 months at 3T° C were studied by Differential Scanning Calorimetry and Thermogravimetry (only for 7 days old specimens).

From XRD and DSC analysis, it was learnt that the production of Cu<sub>3</sub>Sn phase with Cu 38,37 w/o Sn composition gave off Cu<sub>3</sub>Sn phase. While the production of Ag<sub>3</sub>Sn phase with Ag-26,84 w/o Sn composition gave off Ag<sub>3</sub>Sn + eutectic phase, and the amount of eutectic phase increased as the cooling rate accelerated. Alloy with Cu-60,87 w/o Sn composition failed to give Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> phase, but produced Cu<sub>3</sub>Sn + Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> + Sn phases, while Cu-85 w/o Sn produced Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> + Sn phases. The metallography and SEM + EDS test was shown that cooling rate influenced the microstructural morphology and the difference of microstructural morphology influenced the modulus of elasticity value. The longitudinal modulus, Young's modulus and Shear modulus of Cu-38,37 w/o Sn UT, generally have higher value compared to alloys SU and CA. The Bulk modulus of Cu-38,37 w/o Sn SU was higher than Cu-38,37 w/o Sn UT and CA, while the Bulk modulus of Ag-26,84 w/o Sn UT, SU, and CA was nearly equal. The Young's modulus of Cu<sub>3</sub>Sn phase was higher than Ag<sub>3</sub>Sn phase.

Valiant amalgam which was used as a composite model contained 0,6116 volume fraction of Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> (matrix), 0,1598 of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> and 0,2288 of Ag<sub>3</sub>Sn phases (reinforcers). The calculation product of Young's modulus theoretically from high Cu amalgam composite was in range of 75-80 GPa. The longitudinal modulus value of amalgam composite differed by 5.4% (UT reinforcer), 4.7 % (SU reinforcer), and 3.5% (CA reinforcer) with experimental longitudinal modulus value.

X-ray diffraction analysis showed that in amalgam 2, Sn<sub>7</sub>Hg<sub>3</sub> phase wasn't formed. The thermogram data of the specimen from amalgam I showed two endothermic peaks at 88° and 1090 C which indicated the presence of two type Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> phase. One endothermic peak at 110,7° C is seen in amalgam 2. This indicated that the addition of 1 w/o Pd into a high copper amalgam (13 w/o Cu) can stabilize the Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> phase. The thermogram data (TG) of amalgam 1 showed that Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> phase undergoes a phase decomposition at 390° C (amalgam 1) and 410° C for amalgam 2.

From this research, It can be concluded that microstructural morphology influences the modulus of elasticity of material and that the microstructural morphology is influenced by the cooling rate. The high Cu<sub>3</sub>Sn phase's elasticity could strengthen the high Cu amalgam alloy. The Young's modulus of high Cu amalgam

composite theoretically of 75-80 GPa is nearing the Young's modulus of tooth enamel (76.9 GPa), thus it can be predicted that high Cu amalgam will produce a strong amalgam restoration. An addition of 1 w/o Pd into a high Cu amalgam (13 w/o Cu) can stabilize amalgam by preventing the forming of Sn<sub>7</sub>Hg phase and producing Ag<sub>2</sub>Hg<sub>3</sub> phase with a higher transition temperature. The mercury in amalgam is strongly bonded with silver and AgHg phase decomposes in a much higher temperature than the average temperature inside the mouth.