
KARAKTERISTIK SCAFFOLD HIDROKSIAPATIT DARI GIGI MANUSIA MENGUNAKAN UJI X-RAY DIFFRACTION (XRD)

Wenny Rosalina^{*}, Andries Pascawinata^{*}, Masra Roesnoer^{**}

^{*}Bagian Bedah Mulut, FKG Universitas Baiturrahmah

^{**}Bagian Ilmu Kesehatan Gigi Masyarakat, FKG Universitas Baiturrahmah
Jl. Raya By. Pass KM. 14 Sei Sapih, Padang

KATA KUNCI

Gigi, *scaffold*
hidroksiapatit, *planetary*
ball mill, uji *x-ray*
diffraction

ABSTRAK

Latar belakang: Resorpsi tulang alveolar diakibatkan oleh berbagai kasus, antara lain pencabutan gigi, trauma atau kecelakaan lalu lintas, kanker, tumor tulang, dan penyakit degeneratif yang semakin meningkat sehingga tulang alveolar tidak adekuat bagi penempatan dental implan. Gigi adalah bagian keras yang terdapat di dalam rongga mulut yang sering menjadi limbah setelah pencabutan. Gigi memiliki kandungan hidroksiapatit sekitar 60% yang hampir sama dengan tulang sehingga gigi dapat dimanfaatkan sebagai bahan *scaffold* hidroksiapatit. **Tujuan:** Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik *scaffold* hidroksiapatit dari gigi manusia dengan metode *planetary ball mill* dengan uji *x-ray diffraction* (XRD). **Bahan dan metode:** Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimental laboratoris dengan menggunakan gigi yang telah diekstraksi dan dibuang bagian mahkota kemudian dilakukan perebusan, dihancurkan manual menggunakan palu, ditimbang menggunakan neraca, dan dikalsinasi pada suhu 600°C, 900°C, dan 1200°C, setelah itu dihaluskan dengan *planetary ball mill* dan dilakukan uji XRD. **Hasil:** Terdapat pola difraksi XRD yang berbeda pada setiap sampel, kandungan hidroksiapatit dengan komposisi berbeda pada setiap sampel, dan ukuran kristal yang berbeda yaitu 30.771797 nm pada suhu 600°C, 42.401917 nm pada suhu 900°C, dan 46.175893 nm pada suhu 1200°C. **Simpulan:** Dari hasil pegujian XRD didapatkan scaffold dengan tingkat kristalinitas berbeda menggunakan metode *planetary ball mill*.

KEYWORDS

teeth, hydroxyapatite
scaffold, planetary ball
mill, x-ray diffraction
analysis

ABSTRACT

Introduction: Alveolar bone resorption can be caused by many factors such as tooth extraction, trauma, traffic accident, cancer, bone tumor and degenerative disease. It can lead to the inadequate of dental implant placement. The tooth is the hardest tissue in oral cavity that consider as the waste after being extracted. The tooth has hydroxyapatite around 60% which almost the same as the bone and can be utilized by the material of hydroxyapatite scaffold. **Objective:** This study purpose to discover the characteristic of hydroxyapatite scaffold from human tooth by using planetary ball mill method with diffraction x-ray test (XRD). **Material and Methods:** This research was an experimental laboratory by using extracted teeth and had the crown removed. The teeth were boiled, manually crushed by using hammer, measured by using scale and calcinated in 600°C, 900°C, and 1200°C and grinded by using planetary ball mill and tested by XRD. **Result:** There were the difference in diffraction pattern of XRD in each sample, hydroxyapatite content with different composition in each sample and a different crystal size which was 30.771797 nm in 600°C, 42.401917

nm in 900°C and 46.175893 nm in 1200°C. **Conclusion:** Based on the XRD test, we obtained scaffold with the different level of crystallinity by using planetary ball mill method.

PENDAHULUAN

Resorpsi tulang alveolar dapat diakibatkan oleh berbagai kasus, antara lain pencabutan gigi, trauma atau kecelakaan lalu lintas, kanker, tumor tulang, penyakit degeneratif seperti diabetes mellitus, osteoporosis, osteoarthritis dan lainnya semakin meningkat¹. Resorpsi tulang alveolar menyebabkan linggir sisa tidak adekuat bagi penempatan dental implan². Salah satu metode yang dapat dilakukan untuk mencegah resorpsi tulang alveolar adalah *alveolar ridge preservation* yang bertujuan untuk mencegah atropi *ridge alveolar*, dan mempertahankan dimensi tulang yang adekuat sebagai fasilitas untuk penempatan implan³. Gigi adalah bagian keras yang terdapat di dalam rongga mulut. Pasca pencabutan, biasanya gigi yang telah dicabut menjadi limbah dan tidak dimanfaatkan sehingga terbuang begitu saja. Secara mikroskopis, sebagian besar struktur gigi tersusun oleh kristalit anorganik yaitu kristal Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) dengan pola orientasi yang khas. Gigi terdiri atas bagian mahkota dan akar. Bagian mahkota terdiri atas enamel dan dentin sedangkan bagian akar terdiri atas dentin dan sementum, memiliki kandungan hidroksiapatit sekitar 60% material hidroksiapatit^{4,5}. Gigi dan tulang memiliki struktur biokemis yang hampir sama yaitu terdiri dari 80% kristal

hidroksiapatit dan 20% kolagen tipe I⁶. Gigi tetap memiliki matriks komponen dalam jumlah yang besar meskipun telah diekstraksi dalam waktu yang lama karena *solid apatite* dari eksternal gigi yang dapat mempertahankan komponen organik internal untuk waktu yang lama⁷. Dengan kandungan yang hampir sama ini, maka gigi manusia dapat dipertimbangkan sebagai alternatif bahan bone graft yang efektif⁶. Salah satu fungsi *bone graft* adalah sebagai *scaffold*. Hidroksiapatit (HA) adalah salah satu bahan yang paling banyak digunakan untuk membuat *bone graft* sintesis yang berfungsi sebagai *scaffold*⁸. Pembuatan *scaffold* harus presisi dan konsisten berkaitan dengan porositas, ukuran pori, distribusi pori dan interkonektivitas antar pori⁹. *Scaffold* lebih mudah dilihat perubahannya melalui uji *X-Ray Diffraction* dengan menunjukkan pola enkapsulasi pada data yang dipublikasikan¹⁰. Pada uji *X-Ray Diffraction* (XRD) hidroksiapatit yang mengalami proses kalsinasi memiliki puncak difraksi yang tajam dan kristalinitas yang tinggi¹¹.

METODE




Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimental laboratoris dengan menggunakan 3 sampel serbuk gigi. Penelitian ini dilakukan dari 24 Oktober 2016 – 07 Mei 2017 di Laboratorium

Biokimia Universitas Baiturrahmah, Laboratorium Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Baiturrahmah, Laboratorium Material dan Metalurgi Universitas Andalas, dan Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang. Sampel dibuat dari gigi yang telah diekstraksi dan memenuhi kriteria inklusi. Kriteria inklusi pada penelitian ini ialah 1) Akar gigi tunggal/jamak bebas karies; 2) Akar gigi dengan pertumbuhan normal; 3) Foramen apikal yang telah menutup sempurna. Penelitian ini dilakukan dengan tahap pemisahan bagian akar dan mahkota gigi menggunakan contra angle highspeed dan diamond bur. Kemudian dilakukan perebusan selama 1 jam guna menghilangkan jaringan nekrose pada akar gigi. Dilakukan penghancuran secara manual menggunakan palu. Ditimbang menggunakan neraca dan dibuat menjadi 3 buah sampel dengan berat masing-masing 5 gram. Kemudian dilakukan kalsinasi pada masing –masing sampel dengan suhu 600°C pada sampel A, 900°C pada sampel B, dan 1200°C pada sampel C. Kemudian setiap sampel dihaluskan dengan mesin Planetary Ball Mill selama 4 jam. Sampel yang telah dihaluskan dilakukan uji X-Ray Diffraction untuk melihat derajat kristalinitas, ukuran kristal, dan komposisi sampel.

HASIL

A. Hasil proses kalsinasi *scaffold* hidroksiapatit dari gigi

Tabel 1. Hasil Kalsinasi *Scaffold* Hidroksiapatit dari Gigi

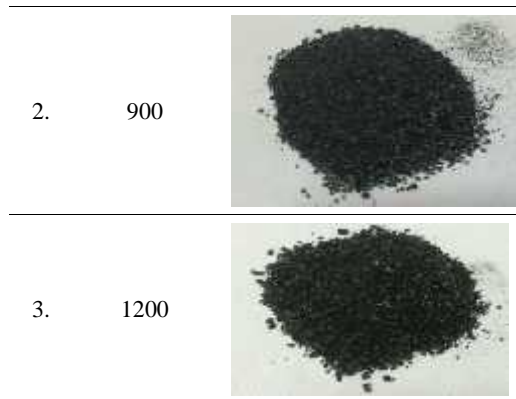
| N o. | Temperatur (°C) | <i>Scaffold</i> hidroksiapatit dari gigi | Warna |
|------|-----------------|--|----------------|
| 1. | 600 |  | Hitam |
| 2. | 900 |  | Abu-abu gelap |
| 3. | 1200 |  | Abu-abu terang |

Tabel 1 menunjukkan hasil penelitian kalsinasi *scaffold* hidroksiapatit dari gigi menunjukkan adanya perubahan warna. Kalsinasi pada suhu 600°C menunjukkan perubahan warna *scaffold* menjadi hitam. Kalsinasi pada suhu 900°C menunjukkan perubahan warna *scaffold* menjadi abu-abu. Kalsinasi pada suhu 1200°C menunjukkan perubahan warna *scaffold* menjadi abu-abu.

B. Hasil *Planetary Ball Mill Scaffold* Hidroksiapatit dari Gigi

Tabel 2. Hasil *Planetary Ball Mill Scaffold* Hidroksiapatit dari Gigi.

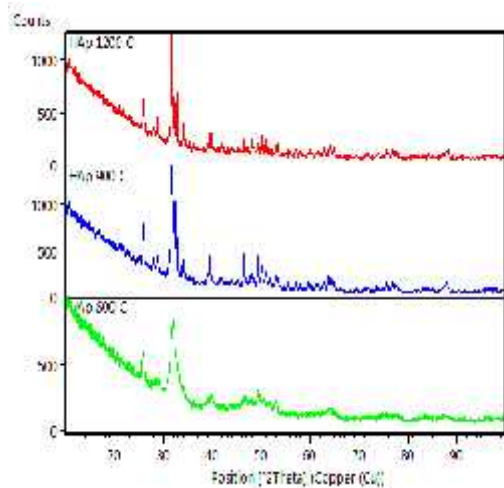
| No. | Temperatur (°C) | <i>Scaffold</i> hidroksiapatit dari gigi |
|-----|-----------------|---|
| 1. | 600 |  |



Tabel 2 menunjukkan hasil penelitian *scaffold* hidroksiapatit dari gigi yang telah dilakukan *planetary ball mill* terlihat ukuran sampel menjadi lebih kecil dan warna menjadi homogen yaitu berwarna hitam baik untuk sampel dengan suhu 600°C, 900°C, dan 1200°C.

C. Hasil Uji X-Ray Diffraction Scaffold Hidroksiapatit dari Gigi

Hasil uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dari gigi untuk derajat kristalinitas ditunjukkan pada gambar berikut.



Gambar 1. Hasil Uji derajat kristalinitas X-Ray Diffraction scaffold hidroksiapatit dari gigi (Sumber: dokumentasi pribadi).

Gambar 1 menunjukkan hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dari gigi yang menunjukkan difraktogram dengan pola serupa namun puncak-puncaknya berbeda. Pola pada kalsinasi 600°C terlihat puncak yang rendah dan lebar dari sampel lainnya, pola seperti ini menggambarkan bahwa sampel tersebut masih bersifat semi kristal (amorf) atau mempunyai kristalinitas yang masih rendah. Kalsinasi pada sampel 900°C dan 1200°C terlihat puncak yang lebih tajam dan tidak terdapat banyak perbedaan diantara 2 sampel tersebut, pola seperti ini menggambarkan bahwa sampel tersebut telah bersifat kristal atau mempunyai kristalinitas yang tinggi.

Hasil uji *X-Ray Diffraction Scaffold* hidroksiapatit dari gigi untuk kandungan kristal ditunjukkan pada gambar berikut.

| Name and formula | |
|--------------------|--|
| Reference code: | 00-001-1008 |
| Mineral name: | Hydroxyapatite |
| Compound name: | Calcium Hydroxide Phosphate |
| PDF index name: | Calcium Hydroxide Phosphate |
| Empirical formula: | Ca ₁₀ H ₂ O ₂₈ P ₆ |
| Chemical formula: | Ca ₁₀ (OH) ₂ (PO ₄) ₆ |

Gambar 2. Hasil Uji kandungan sampel X-Ray Diffraction scaffold hidroksiapatit dari gigi dengan suhu 600°C (Sumber: dokumentasi pribadi).

| Name and formula | |
|--------------------|---|
| Reference code: | 01-075-3727 |
| Mineral name: | Hydroxyapatite syn |
| Compound name: | Calcium Phosphate Carbonate Hydroxide |
| PDF index name: | Calcium Phosphate Carbonate Hydroxide |
| Empirical formula: | C _{0.01} Ca _{9.99} O _{13.99} P ₆ |
| Chemical formula: | Ca ₅ (PO ₄) ₃ (CO ₃) _{0.01} (OH) _{1.99} |

Gambar 3. Hasil Uji kandungan sampel X-Ray Diffraction scaffold hidroksiapatit dari gigi dengan suhu 900°C (Sumber: dokumentasi pribadi).

| Name and formula | |
|--------------------|---------------------------------------|
| Reference code: | 01-071-1727 |
| Mineral name: | Hydroxylapatite, syn |
| Compound name: | Calcium Phosphate Carbonate Hydroxide |
| PDF index name: | Calcium Phosphate Carbonate Hydroxide |
| Empirical formula: | $C_{12}Ca_{10}(OH)_2(PO_4)_6$ |
| Chemical formula: | $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2(OH)_2$ |

Gambar 4. Hasil Uji kandungan sampel *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dari gigi dengan suhu 1200°C (Sumber: dokumentasi pribadi).

Gambar 2 menunjukkan hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dari gigi yang menunjukkan kandungan sampel dengan kalsinasi 600°C ialah mineral hidroksiapatit dengan komposisi kalsium, fosfat, dan hidroksida. Gambar 3 menunjukkan hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dari gigi yang menunjukkan kandungan sampel dengan kalsinasi 900°C ialah mineral hidroksiapatit dengan komposisi kalsium, fosfat, karbonat, dan hidroksida. Gambar 4 menunjukkan hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dari gigi yang menunjukkan kandungan sampel dengan kalsinasi 1200°C ialah mineral hidroksiapatit (hidroksiapatit murni) dengan komposisi kalsium, fosfat, karbonat dan hidroksida.

Hasil uji *X-Ray Diffraction Scaffold Hidroksiapatit* dari gigi untuk ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada gambar berikut.

$$d = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

- A. Referensi
- B. Gambar
- C. Tabel
- D. Diagram
- E. Tabel
- F. Diagram
- G. Tabel
- H. Diagram
- I. Tabel
- J. Diagram

Hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dengan persamaan Scherrer dari gigi yang menunjukkan rata-rata ukuran kristal pada sampel 600°C ialah 30.771797 nm. Hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dengan persamaan Scherrer dari gigi yang menunjukkan rata-rata ukuran kristal pada sampel 900°C ialah 42.401917 nm. Hasil Uji *X-Ray Diffraction scaffold* hidroksiapatit dengan persamaan Scherrer dari gigi yang menunjukkan rata-rata ukuran pada sampel 1200°C ialah 46.175893 nm.

PEMBAHASAN

A. Pembahasan Kalsinasi Scaffold Hidroksiapatit dari Gigi

Gigi yang telah dilakukan kalsinasi terlihat perubahan warna dimana sampel berubah menjadi berwarna kehitaman karena belum sepenuhnya penghilangan materi anorganik penyusun gigi. Penelitian Ooi (2007) menunjukkan penyebab berubahnya warna sampel menjadi gelap karena peningkatan temperatur akan menunjukkan perubahan warna sebab adanya dekomposisi materi organik penyusun¹². Penelitian Kusri dan Sontang (2012) menunjukkan perubahan warna sampel menjadi gelap karena penghilangan materi organik seperti kolagen dan protein yang tidak sempurna yang disebabkan oleh dekomposisi matriks organik yang tidak sempurna. Perubahan warna sampel menjadi putih disebabkan oleh penghilangan matriks organik yang sempurna¹³.

Kalsinasi gigi dilakukan dengan cara memasukkan sampel kedalam tungku vakum yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, protein, serta gas lain yang mempunyai ikatan kimia dengan materi pada temperatur tinggi dibawah titik leleh dari zat penyusun materi. Penggunaan kalsinasi pada tulang dilaporkan untuk menghilangkan bakteri dan menguraikan zat organik. Energi panas yang dihasilkan pada proses kalsinasi mengalir secara konduksi ke bagian permukaan hidroksiapatit, panas tersebut menguraikan zat organik dan air. Proses penguraian tersebut menyebabkan massa hidroksiapatit berkurang. Kalsinasi dapat maksimal apabila bentuk dan ukuran hidroksiapatit yang efektif, semakin bulat bentuk suatu butiran semakin efektif karena panas dapat berdifusi secara bebas dari segala sudut permukaan butir sehingga distribusi panas merata^{11,14}.

B. Pembahasan *Planetary Ball Mill Scaffold Hidroksiapatit* dari Gigi

Konsistensi sampel sebelum dan sesudah planetary ball mill berdasarkan pengamatan terdapat perbedaan. Sebelum planetary ball mill konsistensi sampel kasar dan ukuran yang berbeda, setelah dilakukan proses penggilingan menggunakan 3 buah bola giling dengan diameter 20mm dan wadah penggilingan yang dilakukan selama 3 jam pada setiap sampel dan didapatkan hasil dengan konsistensi lebih halus seperti pasir serta ukuran sampel yang hampir homogen.

C. Pembahasan Uji *X-Ray Diffraction Scaffold Hidroksiapatit* dari Gigi

Pola XRD pada kalsinasi 600°C terlihat puncak yang rendah dan lebar dari sampel lainnya, sedangkan kalsinasi pada sampel 900°C dan 1200°C terlihat puncak yang lebih tajam. Hidroksiapatit yang mengalami proses kalsinasi memiliki puncak difraksi yang tajam dan kristalinitas yang tinggi. Penelitian Kusri dan Sontang (2012) menyatakan bahwa pola XRD pada suhu tinggi menghasilkan hidroksiapatit yang baik, hal ini terjadi karena adanya proses pembebasan karbon dioksida dari karbonat dalam hidroksiapatit¹³. Perubahan ini menandakan adanya proses penyusutan dan pepadatan yang menunjukkan bahwa dalam material telah terjadi proses perubahan komposisi unsur pengisi yaitu zat organik pada saat proses kalsinasi. Penelitian Pudjiastuti (2012) menunjukkan hasil bahwa sampel yang dilakukan kalsinasi dengan suhu tinggi akan membentuk pola difraktogram yang dengan puncak yang tajam dan tinggi, hal ini menandakan bahwa tingginya kristalinitas pada sampel tersebut¹¹. Penelitian Aoki (1991) menyatakan semakin tinggi kandungan kalsium maka akan memperlambat proses resorpsi atau penguraian, keseimbangan kandungan hidroksiapatit memungkinkan untuk mengontrol penguraian scaffold dalam tubuh dan pembentukan tulang baru dengan cara melepaskan ion kalsium ke dalam tubuh¹⁵.

Hasil XRD dari penelitian dapat disimpulkan bahwa dengan adanya perbedaan derajat kristalinitas pada sampel dengan suhu yang berbeda akan menghasilkan hidroksiapatit dengan tingkat kristalinitas yang berbeda dimana terjadinya pengurangan lebar puncak dan naiknya intensitas pada masing-masing puncak seperti pada sampel 900°C dan 1200°C. Kandungan sampel 600°C ialah hidroksiapatit dengan komposisi kalsium, hidroksida, dan fosfat sedangkan sampel 900°C dan 1200°C ialah hidroksiapatit dengan komposisi kalsium, hidroksida, fosfat, dan karbonat. Ukuran kristal hidroksiapatit dapat dihitung dengan persamaan Scherrer, dimana pengukuran ini dapat diwakilkan oleh tiga puncak tertinggi, dan didapatkan ukuran sampel 600°C ialah 30.771797 nm, sampel 900°C ialah 42.401917 nm, dan 1200°C ialah 46.175893 nm. Penelitian Conz dkk. (2011) menunjukkan bahwa proses kalsinasi meningkatkan ukuran kristal dan kekuatan *scaffold* tetapi mengurangi proses *remodelling* dan resorpsi dari material tersebut¹⁶. Perbedaan kristalinitas dapat menimbulkan respon biologikal yang berbeda.

DAFTAR PUSTAKA

1. Budiatin, A, S., Muhammad, Z., Ferdiansyah, Fathia, R., 2012. *Efektivitas Matriks Komposit Bovine Hydroxyapatite – Gelatine sebagai Sistem Penghantaran Gentamisin dan Regenerasi Tulang Pada Bone Defect*.
2. Chiapasco, M., Zaniboni, M., Rimondini, L., 2007. Autogenous Onlay Bone Grafts vs. Alveolar Distraction Osteogenesis for the Correction of Vertically Edentulous Ridges: 2-4-year Prospective Study on Humans. *Clin Oral Implants Res.* pp 432-40.
3. Mardas, N., D’Aiuto, F., Mezzomo, L., Arzoumanidi, M., Donos, N., 2011. Radiographic Alveolar Bone Changes Following Ridge Preservation with Two Different Biomaterials. *Clin Oral Implants Res.* pp. 416–423.
4. Johari. 2011. *Email Gigi sebagai Objek Pemutihan*. Retrieved June 12, 2016, from <http://repository.ac.id/bitstream/123456789/21936/Chapter%2520II.pdf>
5. Kim, Y, K., Su, G, K., Ji, S, O., Seung, C, J., Jun, S, S., Suk, Y, K., Soo, Y, L. 2011. Analysis of the Inorganic Component of Autogenous Tooth Bone Graft Material. *America: Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 11. pp. 7442-7445.
6. Bhattacharjya, C. Srikanth, G., Abhay, T, K., Komal, S., Kalyana, C, P., 2016. Tooth Derived Bone Graft Material, *World Journal of Dentistry*, pp. 32-35.
7. Kim, Y, Y. 2012. Bone Graft Material Using Teeth. *Journal of the Korean Association of Oral and Maxillofacial Surgeons.* pp. 134-138.
8. Pujiyanto, E. 2012. Studi Pemanfaatan Gypsum Lokal sebagai Bahan Dasar Bone graft Sintesis yang Berfungsi sebagai Scaffold. *Disertasi Doktor*, Universitas Gajah Mada. Retrieved June 12, 2016, from Electronic Theses & Dissertation Universitas Gajah Mada.
9. Anwar, A, S and Solechan. 2014. Analisa Karakteristik dan Sifat Mekanik Scaffold Rekonstruksi Mandibula dari Material Biphasis Calcium Phosphate dengan Penguat Cangkang Kerang Strimping dan Gelatine Menggunakan Metode Functionally Graded Material. *Jurnal SNATIF ke-1*, pp. 129-136.
10. Adeyinka, A., Manish, G., Yamina, B., Andrew, M., Nashiru, B., Stephen, D., 2016. Monitoring Model Drug Microencapsulation in PLGA Scaffolds Using X-Ray Powder Diffraction, *Saudi Pharmaceutical Journal.* Saudi Arabia: King Saud University. pp. 227-231.
11. Pudjiastuti, A, R. 2012. Preparasi Hidroksiapatit dari Tulang Sapi dengan Metode Kombinasi Ultrasonik dan Spray Drying. *Tesis*. Universitas Indonesia.
12. Ooi, C.Y., Hamdi, M., Ramesh, S. 2007. Properties of Hydroxyapatite Produced by Annealing of Bovine Bone. *Ceramics International.* 33. pp. 2117-2125.
13. Kusrini, E., Sontang, M. 2012. Characterization of X-Ray Diffraction and

- Electron Spin Resonance: Effects of Sintering Time and Temperature on Bovine Hydroxyapatite. *Rad. Physical and Chem.* 81. pp. 118-125.
14. Raksujarit, A., Pengpat, K., Rujijanagul, G., Tunkasiri, T. 2010. *Processing and Properties of Nanoporous Hydroxyapatite Ceramics.* Mater Des. pp. 1658-60.
15. Aoki, H. 1991. *Science Medical Application of Hydroxyapatite.* Tokyo: JAAS
16. Conz, M, B., Jose, M, G., Gloria, D, A. 2011. Hydroxiapatite Crystallinity Does Not Affect the Repair of Critical Size Bone Defects. *J App Oral Sci*, pp. 337-342.