

Proses Sintesis dan Karakterisasi Hydroxyapatite Menggunakan Analisis XRD FTIR dari Gypsum Puger Kabupaten Jember sebagai Material Augmentasi Ridge Alveolar

Amiyatun Naini¹, Hengky B. Ardhiyanto², Yenny Yustisia³,

¹Bagian Prostadonsia, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Jember

²Bagian Biomedik, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Jember

³Bagian Ilmu Kedokteran Gigi Dasar, Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Jember

ABSTRACT

Tooth extraction can cause alveolar ridge resorption that affect the use of the denture, so it requires augmentation to improve the contour of the alveolar ridge. Hydroxyapatite is used as alveolar ridge augmentation material in Indonesia, they are imported at high prices and availability limited. In Indonesia, especially the area of East Java Jember district Puger produced natural gypsum raw materials that can be developed and utilized as hydroxyapatite. This study aims to determine how the process of synthesis and characterization Hydroxyapatit using FTIR XRD analysis of Gypsum Puger Jember as alveolar ridge augmentation material. Methods of synthesis of hydroxyapatite research conducted by hydrothermal technique by reaction between gypsum hydroxyapatite Puger with DHP (diammonium hydrogen phosphate), then the result of the reaction was analyzed by XRD and FTIR testing compared with HA 200 Japan as a comparison. The results of the analysis we found the same patterns between Gypsum hydroxyapatite Puger with HA 200 Japan as standard. Conclusion The study has managed to synthesize gypsum puger into hydroxyapatite / Puger gypsum hydroxyapatite (HAGP). Characterization HAGP performed by XRD and FTIR that test results are the same, or there is a similar pattern with HA 200 Japan (standard), so HAGP is one of the bioceramics materials that can be used as an alternative material alveolar ridge augmentation in order to use denture can be managed properly.

Key words: alveolar ridge augmentation, Gypsum Puger, Hydroxyapatite, XRD, FTIR,

Korespondensi (Correspondance): Jl. Kalimantan 37 Jember (0331)333536, 08124918255, e-mail: amiyatunnaini@yahoo.com

Prosentase pengguna gigi tiruan di Indonesia sangat tinggi seiring dengan pemanfaatan pelayanan kesehatan gigi untuk pencabutan mencapai diatas 80%. Pembuatan gigi tiruan untuk mengganti kehilangan gigi geligi pada penderita memerlukan keadaan anatomi rongga mulut yang mendukung. Salah satu keadaan anatomi rongga mulut yang mendukung tersebut berupa ridge yang dominan. Untuk mencapai keadaan ridge yang baik harus dimulai dengan upaya pencegahan resorpsi ridge akibat pencabutan gigi.¹Pencabutan gigi akan menyebabkan ridge alveolar mengalami penurunan dan perubahan morfologi, terutama tahun pertama sehingga ridge alveolar akan menjadi rendah dan flat.^{2,3} Apabila kondisi ini tidak segera diatasi maka akan dapat berakibat pada pembuatan gigi tiruan yang tidak adekuat serta terganggunya proses pengunyahan dan akan berpengaruh pada kualitas hidup seseorang.

Hasil studi dari berbagai kasus menunjukkan apabila volume tulang yang tersedia cukup, maka pembuatan gigi tiruan ataupun implant memberikan hasil jangka panjang yang cukup memuaskan. Untuk mendapatkan hasil tersebut maka perlu inovasi pengembangan bahan dan teknik peninggian lingir/augmentasi ridge alveolar. Hal ini merupakan suatu upaya untuk mencegah terjadinya resorpsi alveolar ridge sehingga pembuatan gigi tiruan dapat berhasil.^{4,5}

Tindakan augmentasi ridge alveolar merupakan suatu prosedur bedah untuk memperbaiki bentuk dan ukuran ridge alveolar dalam persiapan untuk menerima dan mempertahankan gigi tiruan. Augmentasi ridge alveolar telah dilakukan dengan menggunakan berbagai teknik dan material yang berbeda. Material yang digunakan dalam augmentasi ridge alveolar antara lain autograf, allograf, xenograf, bahan sintetik (biokeramik).^{6,7,8}

Bahan biokeramik yang sering digunakan dalam aplikasi biomedis adalah hidroksiapatit [$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$]. Susunan kristal hidroksiapatit yang memiliki gambaran identik dengan tulang dan gigi ini menyebabkan hidroksiapatit bersifat biokompatibel, osteokonduktif, osteoinduktif, serta dapat menyatu dengan tulang sehingga dapat meningkatkan proses regenerasi tulang.⁹

Bahan augmentasi ridge alveolar yang dipakai di Indonesia, terutama hidroksiapatit, selama ini masih merupakan produk impor dengan harga mahal serta ketersediaan yang terbatas. Hal ini bertentangan dengan kenyataan bahwa Indonesia terutama di daerah Puger kabupaten Jember Jawa Timur adalah penghasil bahan baku gipsium alam yang potensial untuk dapat dikembangkan dan dimanfaatkan menjadi hidroksiapatit sehingga sebagai sumber alternatif material augmentasi ridge alveolar dengan harga yang lebih murah, mudah didapat serta memiliki kemampuan yang sama dengan

material komersial yang ada. Penelitian pendahuluan telah dilakukan untuk mengetahui kandungan kalsium dan sulfur pada gipsum alam Puger dengan hasil bahwa kadar kalsium gipsum alam Puger lebih tinggi sedangkan kandungan sulfurnya lebih rendah dibandingkan dengan gipsum komersial.¹⁰

Berdasarkan uraian diatas akhirnya muncul permasalahan yaitu bagaimana mensintesis gipsum pugger menjadi hidroksiapatit dan seperti apa karakteristik Hidroksiapatit yang dihasilkan FTIR dan XRD ? agar dapat dipakai sebagai material augmentasi ridge alveolar.

METODE PENELITIAN

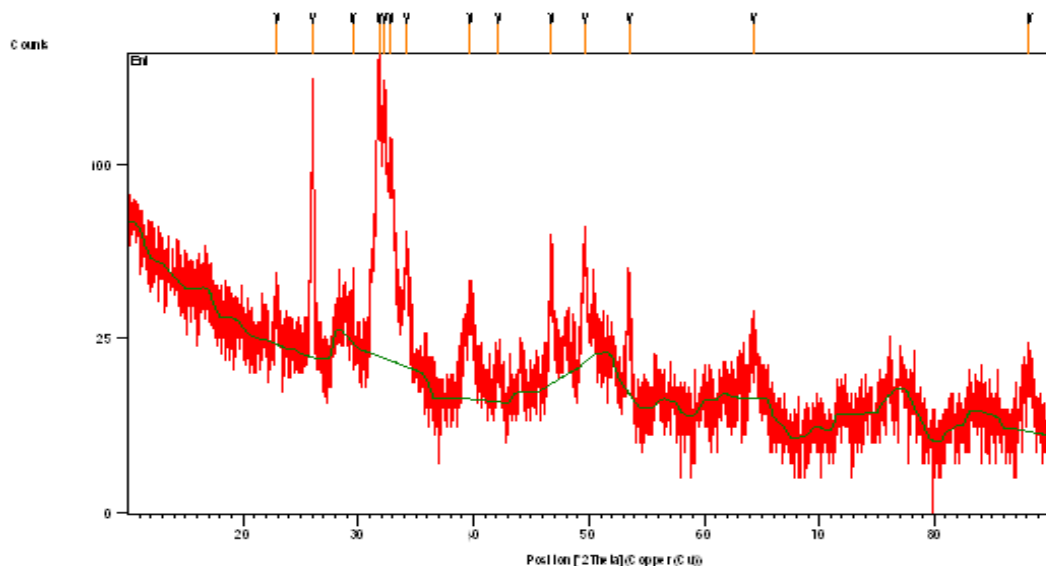
Jenis penelitian yang digunakan adalah penelitian eksperimental laboratoris. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kedokteran Gigi Terpadu Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Jember dan Laboratorium sentral Fakultas Mipa Universitas Negeri Malang bahan yang digunakan dalam penelitian adalah serbuk gipsum dari Puger kabupaten Jember, butiran diammonium hydrogen phosphate (DHP) dan aquades, kemudian sebagai pembanding penelitianhidroksiapatit 200 jepang (HA 200). Penelitian ini menggunakan beberapa alat yaitu blender, timbangan mekanik, gelas beker, gelas ukur, gelas labu, batang pengaduk, *magnetik stirrer*, *microwave*, tabung teflon, inkubator, kertas saring, kertas pH, alat *sieving*, timbangan digital, mesin uji XRD dan FTIR. Pelaksanaan penelitian prosedur sintesis hidroksiapatit dari gipsum Puger yaitu persiapan serbuk gipsum Puger

dengan dilakukan sieving halus, menimbang serbuk gipsum Puger sebanyak 0,5 gram. Membuat larutan DHP 0,5 M dengan melarutkan serbuk DHP 132 M sebanyak 66 gr dalam aquades sebanyak 1:1 kemudian diaduk hingga homogen selama 10 menit dengan menggunakan *magnetik stirrer*, Campur serbuk gipsum Puger (0,5 gr) pada larutan DHP 0,5 M sebanyak 40 ml. Lalu dimasukkan dalam tabung teflon dan diaduk dengan menggunakan *magnetik stirrer* selama 10 menit agar homogen, kemudian dimasukkan dalam *microwave* pada daya 400 watt selama 20 menit. Hidroksiapatit disaring dengan kertas saring serta dibilas dengan aquades, dikeringkan dalam inkubator selama 5 jam pada suhu 50°C. Karakterisasi hidroksiapatit dari gipsum Puger yaitu dengan XRD (*X-Ray Diffraction*, Rigaku Jepang) dan FTIR (*Fourier Transformed Infra Red*, IR SHIMADZU FTIR PRESTIGE 21)

HASIL

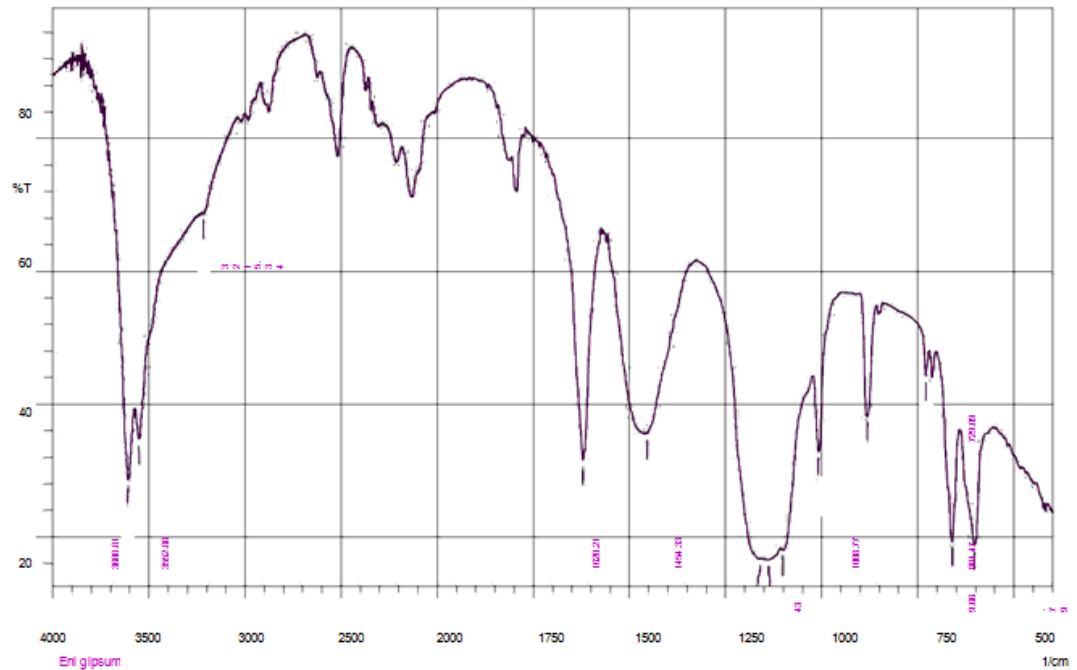
Hasil penelitian didapatkan material serbuk halus hidroksiapatit yang disintesis dari gipsum Puger dengan hasil karakterisasi hidroksiapatit menggunakan uji analisis XRD dan FTIR. Hasil karakteristik XRD hidroksiapatit gipsum Puger pada gambar berikut dimulai dari 0° sampai dengan 90° (gambar 1).

Hasil karakterisasi FTIR hidroksiapatit gipsum Puger pada gambar berikut dengan jangkauan 400 sampai 4000 cm untuk melihat ikatan molekul-molekul pada hidroksiapatit, secara umum ada tiga ion yang terbentuk pada hidroksiapatit yaitu fosfat (PO₄), hidroksil (OH) dan Ca-O (Gambar 2).



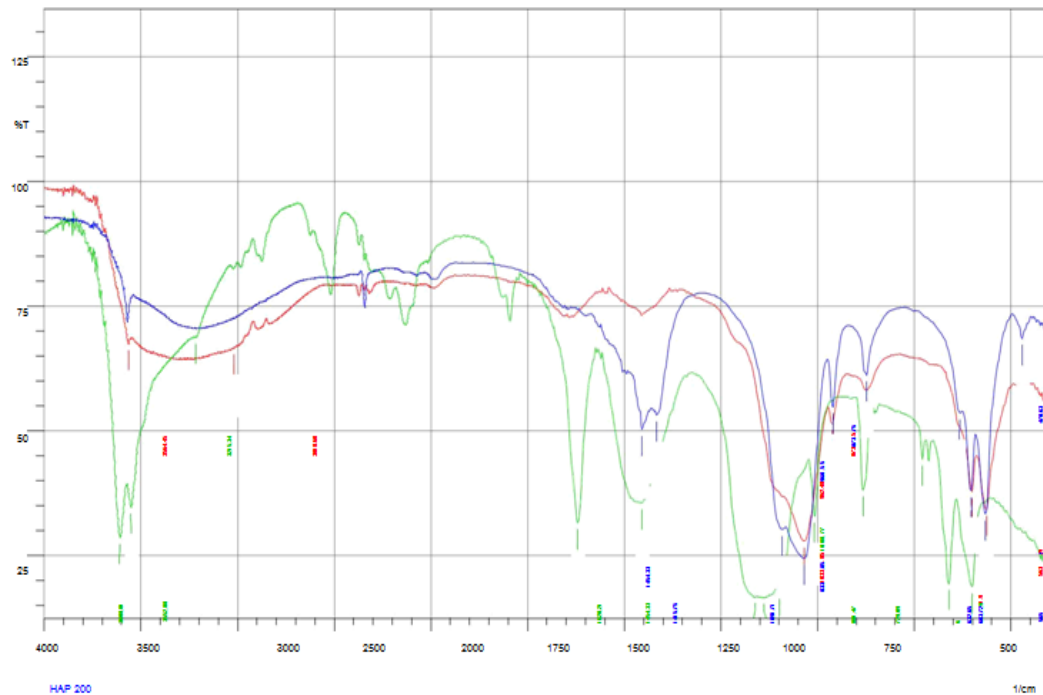
Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.9276	14.17	0.4723	3.87896	9.66
26.0503	118.03	0.1378	3.42063	80.46
29.4748	18.39	0.2362	3.03054	12.54
31.7789	146.70	0.1968	2.81588	100.00
32.2700	122.25	0.2362	2.77414	83.33
32.7979	82.94	0.3936	2.73068	56.54
34.1962	42.48	0.2755	2.62216	28.96
39.7409	25.42	0.4723	2.26817	17.33
42.1770	8.19	0.4723	2.14263	5.58
46.7574	34.90	0.3149	1.94285	23.79
49.6612	38.72	0.3149	1.83584	26.39
53.4921	31.48	0.3149	1.71305	21.46
64.2513	12.77	0.5510	1.44974	8.71
88.2259	10.23	1.1520	1.10663	6.98



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	601.79	18.776	17.622	640.37	553.57	46.68	8.604
2	659.66	19.349	20.307	702.09	642.3	29.441	6.645
3	729.09	44.342	4.374	788.89	721.38	19.638	0.265
4	881.47	38.226	17.649	902.69	858.32	14.283	3.041
5	1008.77	32.923	13.666	1022.27	948.98	23.353	2.117
6	1099.43	17.997	2.105	1105.21	1024.2	41.087	0.64
7	1138	16.555	0.315	1143.79	1107.14	28.106	0.335
8	1161.15	16.702	1.1	1325.1	1157.29	70.968	1.426
9	1454.33	35.518	0.561	1456.26	1344.38	36.124	0.251
10	1620.21	31.554	38.081	1697.36	1573.91	32.534	13.768
11	3215.34	68.722	0.742	3223.05	3039.81	21.24	0.103
12	3552.88	34.734	6.31	3572.17	3257.77	78.461	1.693
13	3608.81	28.62	20.17	3672.47	3574.1	38.779	9.795

Gambar 2. karakterisasi FTIR hidroksiapatit gipsium puger (HAGP)



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	563.21	34.273	14.811	588.29	505.35	28.421	4.504
2	601.79	37.769	9.367	682.8	590.22	26.997	1.759
3	873.75	58.186	4.822	925.83	808.17	24.808	1.385
4	962.48	51.41	4.729	972.12	927.76	10.996	0.552
5	1033.85	27.93	30.662	1309.67	974.05	99.225	36.23
6	3018.6	66.59	0.081	3020.53	2958.8	10.5	0.13
7	3564.45	67.428	2.745	3624.25	3552.88	10.155	0.515
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	601.79	18.776	17.622	640.37	553.57	46.68	8.604
2	659.66	19.349	20.307	702.09	642.3	29.441	6.645
3	729.09	44.342	4.374	788.89	721.38	19.638	0.265
4	881.47	38.226	17.649	902.69	858.32	14.283	3.041
5	1008.77	32.923	13.666	1022.27	948.98	23.353	2.117
6	1099.43	17.997	2.105	1105.21	1024.2	41.087	0.64
7	1138	16.555	0.315	1143.79	1107.14	28.106	0.335
8	1161.15	16.702	1.1	1325.1	1157.29	70.968	1.426
9	1454.33	35.518	0.561	1456.26	1344.38	36.124	0.251
10	1620.21	31.554	38.081	1697.36	1573.91	32.534	13.768
11	3215.34	68.722	0.742	3223.05	3039.81	21.24	0.103
12	3552.88	34.734	6.31	3572.17	3257.77	78.461	1.693
13	3608.81	28.62	20.17	3672.47	3574.1	38.779	9.795
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	470.63	68.54	4.553	495.71	449.41	6.834	0.536
2	565.14	33.314	22.426	590.22	497.63	24.889	4.999
3	603.72	38.092	12.806	624.94	592.15	11.286	1.809
4	632.65	53.568	1.286	744.52	626.87	20.399	0.074
5	873.75	61.163	11.175	918.12	786.96	20.208	2.229
6	960.55	54.765	11.31	974.05	920.05	10.187	1.158
7	1033.85	24.438	21.561	1082.07	975.98	49.236	12.267
8	1091.71	30.278	2.225	1280.73	1083.99	44.446	0.513
9	1415.75	53.164	1.665	1419.61	1300.02	18.64	0.153
10	1454.33	50.207	3.634	1458.18	1436.97	6.031	0.344

Gambar 3. Gabungan karakterisasi FTIR hidroksiapatit gipsur puger dan HA 200 Jepang

PEMBAHASAN

Gambar 1 karakterisasi XRD hidroksiapatit gipsum Puger menunjukkan ada 14 peak yaitu 22,9; 26; 29,4; 31,7; 32,2; 32,7; 34,1; 39,7; 42,1; 46,7; 49,6; 53,4; 64,2; 88,2, ditunjukkan sampai mencapai level kemurnian 100%. Ada tiga peak yang tertinggi dari pola XRD hidroksiapatit gipsum puger yang tampak pada nilai d-spacings 3,42063Å, 2,81588 Å, dan 2,77424 Å. Pola XRD pada gambar 1 yaitu pada uji karakterisasi hidroksiapatit gipsum Puger menunjukkan pola yang sama dengan pola HA 200 Jepang sebagai standar perbandingan. Hasil ini mengindikasikan bahwa gipsum Puger berhasil disintesis menjadi hidroksiapatit gipsum puger (HAGP)

Gambar 2 dan 3 menunjukkan pola FTIR hidroksiapatit gipsum Puger (HAGP) dan gabungan pola FTIR HAGP dengan HA 200. Dari gambar tersebut nampak ada kemiripan pola FTIR GHApP dan HAp 200. Spektra inframerah dari GHApP menunjukkan adanya ikatan molekul hidrogen pada bilangan gelombang 3552,88 cm^{-1} dan 3608,81 cm^{-1} . Spektra infra merah yang menunjukkan adanya ikatan molekul hidrogen terjadi pada bilangan gelombang 3412,08 cm^{-1} dan 3145,90 cm^{-1} yang ditandai dengan adanya vibrasi gugus fungsi dari H-O-H.¹¹

Ikatan gugus fosfat(PO_4^{3-}) merupakan intensitas yang paling tinggi nampak pada bilangan gelombang 601,79 cm^{-1} dan 659,66 cm^{-1} dan 1008,77 cm^{-1} . Menurut Sasikumar (2006) intensitas yang paling tinggi merupakan ikatan gugus fosfat yang ditandai dengan vibrasi bending dan stretching dari P-O yang terdapat pada bilangan gelombang 503,21 cm^{-1} , 603,72 cm^{-1} dan 1026,13 cm^{-1} .¹²

Gugus fungsi senyawa Ca-O ditemukan dalam struktur ini yang ditandai dengan vibrasi pada gelombang 1454,33 cm^{-1} dan 1620,21 cm^{-1} . Gugus fungsi senyawa Ca-O ditemukan pada vibrasi gelombang 1400 cm^{-1} dan 1700 cm^{-1} .¹³

Terbentuknya fase hidroksiapatit pada HAGP yang menyerupai Hap 200 komersial kemungkinan disebabkan tingginya tingkat kemurnian dari senyawa kalsium sulfat dihidrat pada gipsum Puger dan diamonium hidrogen fosfat (DHP), sehingga ketika di reaksikan dengan perlakuan hidrotermal dengan menggunakan microwave dapat menyebabkan lebih mudah dan semakin cepat terbentuk ikatan antara ion kalsium dan fosfat menjadi hidroksiapatit dan energi pembentukan yang sangat efisien.¹⁴

KESIMPULAN

Kesimpulan dari penelitian ini adalah telah berhasil mensintesis gipsum puger menjadi hidroksiapatit/ hidroksiapatit gipsum Puger (HAGP). Karakterisasi HAGP yang dilakukan dengan uji XRD dan FTIR bahwa hasilnya sama atau terdapat pola yang sama dengan Hap 200 Jepang (standar). Sehingga HAGP ini merupakan salah satu bahan

biokeramik yang dapat digunakan sebagai alternatif material augmentasi ridge alveolar agar pemakaian gigi tiruan dapat berhasil dengan baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Kresnoadi U, Mekanisme peningkatan ekspresi fibroblast growth factor 2 dan osteokalsin sebagai stimulasi aktifitas osteoblas alveolar ridge akibat induksi kombinasi aloe vera dan graft. Laporan penelitian unggulan Perguruan Tinggi. Universitas Airlangga. 2012. Pp1-2
2. Chris C. L. Wyatt, DMD. The effect of prosthodontic treatment on alveolar bone loss: A review of the literature. *J Prosthet Dent*; 1998. 80(3):362-366.
3. Pelegrine AA, Sorgi da Costa CE, Pizzigati Correa ME, and Marques Jr JFC. Clinical and Histomorphometric Evaluation of Extraction Socket Treated With an Autologous Bone Marrow Graft. *Clinical Oral Implant Rest*. 2010. 21: 535-542
4. Collin, 2005. http://www.denta insurance.co.uk/implant/oral_indication.htm/9-2-2008
5. Oktavia R, Teknik bedah peninggian lingir alveolar sebagai salah satu penunjang keberhasilan dibidang prostetik, Fakultas Kedokteran Gigi Unerveritas Sumatra Utara. 2005. Pp 4-6
6. Haim Tal, Zvi Artzi, Roni Kolerman, Ilan Beitlitum and Gal Goshen. Augmentation and Preservation of the Alveolar Process and Alveolar Ridge of Bone. Department of Periodontology and Dental Implantology, Tel Aviv University Israel. 2012. Pp 25-30
7. Meenaxi Umarani , Savitri Chougala, Sruthi Janardhan, P X Pinto# S M Kotrashett. Comparison of Bovine Hydroxyapatite and Modified bovine Hydroxyapatite graft in the extraction socket versus ungrafted socket for implant site preservation *Journal of Advanced Dental Research*. 2011. 3(1): 37-38
8. Sergio Allegrini jr, Bruno Koenig jr, Marcia Rivellino Facci Allegrini, Marcelo Yoshimoto, Tomasz Gedrange, Jochen Fanghaenell, Mariusz Lipski. Alveolar ridge sockets preservation with bone grafting – review. *Annales Academiae medicae stetinensis*. 2008. 54(1): 70–81
9. Bronzino, J. D. *Tissue Engineering and Artificial Organs*. 3rd edition. 2006. CRC Press. Pp 85-89
10. Naini, A., dan Rachmawati, D. Composition analysis of Calcium and

- Sulfur on Gypsum at the Puger District Jember Regency as an alternative Gypsum Dental Material. *Dentika*. 2010.15(2):179-183
11. Pramatarove, L.. Hydroxyapatite Growth Induced by Native Extracellular Matrix Deposition on Solid Surface, *European Cells and Materials*. 2005. 9: 9-12
 12. Sasikumar, S. Low Temperature Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite from Egg Shells by Combustio Method. *Trends Biomater. Artif. Organs*. 2006. 19(2):70-71
 13. Pattanayak, D.K., Divya, P., Upadhyay, S., Prasad, R.C., Rao, B.T. and Mohan, T.R.R. Synthesis and Evaluation of Hydroxyapatite Ceramics. *Trends Biomater. Artif. Organs*. 2005. 18(2):6-12
 14. Krishna, D.S.R. Chatanya, C.K., Seshadri, S.K. dan Kumar, T.S. Flourinated Hydroxyapatite by Hydrolysis Under Microwave Irradiation. *Trends Biomater. Artif. Organs*. 2002. 16(1):15-17.