



Perbandingan Derajat Kristalinitas dan Konsentrasi Ion Kalsium Hidroksiapatit Tulang Sapi dengan Produk Komersial EthOss®

Comparison of Crystallinity Degree and Calcium Ion Content in EthOss® Bone Graft and Hydroxyapatite

Florencia L. Kurniawan,¹ Firda Amalia,¹ Olivia N. Komala,² Octarina¹

¹Departemen Bahan Kedokteran Gigi Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Trisakti, Jakarta, Indonesia

²Departemen Periodonsia Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Trisakti, Jakarta, Indonesia
Email: florencia@trisakti.ac.id

Received: April 10, 2025; Accepted: May 26, 2025; Published online: May 29, 2025

Abstract: Bone graft substitute materials are currently widely used in dentistry. Hydroxyapatite (HA) can be used as a bone graft material, but it is difficult to be absorbed properly. One of the materials that has been commercialized is EthOss® bone graft. This material has advantages that can be used in periodontal treatment. It has a unique calcium sulfate content that functions as a barrier to soft tissue, eliminating the need for additional collagen membranes. This study aimed to analyze and compare the degree of crystallinity and calcium content of EthOss® bone graft and hydroxyapatite. EthOss® and HA samples were prepared, then XRD and AAS tests were performed. The data obtained were then analyzed. The results showed that EthOss® bone graft had a crystallinity degree of 68.8%, and a calcium ion concentration of 24.2 ± 0.3 mg/L. Meanwhile, hydroxyapatite had a crystallinity degree of 91.7% and a calcium ion concentration of 8.8 ± 1.0 mg/L. In conclusion, compared with hydroxyapatite, EthOss® bone graft has crystallinity that increases the degradation rate, mechanical strength, and osteoblast adhesion, as well as high solubility and release of calcium ions to support bone formation.

Keywords: EthOss®; hydroxyapatite; bone graft; crystallinity; calcium ions

Abstrak: *Bone graft* saat ini digunakan secara luas dalam bidang kedokteran gigi. Hidroksiapatit (HA) dapat digunakan sebagai material cangkok tulang, akan tetapi sulit terserap dengan baik. Salah satu material yang telah dikomersilkan ialah EthOss® *bone graft*. Material ini memiliki kelebihan bila digunakan dalam perawatan periodontal. Keunikannya yaitu kandungan kalsium sulfat yang berfungsi sebagai penghalang terhadap jaringan lunak sehingga menghilangkan kebutuhan akan membran kolagen tambahan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis dan membandingkan derajat kristalinitas dan kandungan ion kalsium dalam EthOss® *bone graft* dan hidroksiapatit. Sampel EthOss® dan HA dipersiapkan, kemudian dilakukan uji XRD dan AAS. Data yang diperoleh kemudian dianalisis. Hasil penelitian memperlihatkan bahwa EthOss® *bone graft* memiliki derajat kristalinitas 68,8%, dan konsentrasi ion kalsium $24,2 \pm 0,3$ mg/L sedangkan HA memiliki derajat kristalinitas 91,7% dan konsentrasi ion kalsium $8,8 \pm 1,0$ mg/L. Simpulan penelitian ini dibandingkan dengan hidroksiapatit, EthOss® *bone graft* memiliki kristalinitas yang meningkatkan laju degradasi, kekuatan mekanik, dan adhesi osteoblas, serta kelarutan dan pelepasan ion kalsium tinggi untuk mendukung pembentukan tulang.

Kata kunci: EthOss®; hidroksiapatit; *bone graft*; kristalinitas; ion kalsium

PENDAHULUAN

Bone graft merupakan material cangkok tulang yang seringkali digunakan di bidang kedokteran gigi untuk perbaikan tulang rahang. *Bone graft* diperlukan untuk memberikan dukungan, mengisi celah, dan meningkatkan perbaikan biologis pada defek tulang.¹ Hidroksiapatit (HA) ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) merupakan garam kalsium fosfat yang paling stabil. Material ini berperan dalam pembentukan tulang maupun sebagai substitusi tulang. Material HA yang berasal dari sapi memiliki komposisi kimia yang serupa dengan tulang manusia. Komponen penyusunnya meliputi karbonat (CO_3^{2-}), natrium (Na^+), magnesium (Mg^{2+}), zat besi (Fe^{2+}), fluorida (F^-), silikat, dan klorida (Cl^-). Komposisi ini memengaruhi berbagai reaksi biomekanik yang berkaitan dengan metabolisme tulang.² Selain bersifat biokompatibel, HA sapi juga memiliki kemampuan osteokonduktif dan mampu merangsang diferensiasi osteoblas. Hidroksiapatit bovin yang dibuat dari tulang sapi telah menunjukkan potensi sebagai bahan untuk preservasi soket, namun, sifat osteokonduktif ini menyebabkan HA tidak mudah diserap di dalam soket pasca-ekstraksi. Jika HA tidak terserap dengan baik, maka dapat menimbulkan peradangan dan menghambat proses penyembuhan serta pembentukan tulang alveolar.³

EthOss® *bone graft* ialah bahan cangkok tulang gigi inovatif yang dirancang untuk mendukung pertumbuhan kembali tulang alami tanpa meninggalkan partikel cangkok yang tersisa, dan memiliki berbagai kelebihan dalam prosedur bedah gigi dan ortopedi. EthOss® merupakan produk sintetik yang tidak mengandung bahan dari manusia atau hewan, sehingga mengurangi risiko infeksi silang dan reaksi imunologis. Material ini dirancang untuk mempercepat proses *regrowth* tulang. EthOss® dapat meningkatkan laju penyembuhan sehingga pasien dapat kembali ke aktivitas normal lebih cepat setelah prosedur. Selain itu, EthOss® memiliki bentuk bubuk granular yang dapat dicampur dengan *saline* steril untuk membentuk pasta, sehingga mudah diterapkan pada permukaan yang membutuhkan tambahan tulang.⁴

Saat ini EthOss® tergolong produk yang telah dikomersilkan. Material cangkok tulang sintetik ini digunakan dalam berbagai prosedur bedah gigi dan ortopedi. EthOss® terdiri dari 2 komponen utama yaitu β -Tri kalsium Fosfat (β -TCP) dan Kalsium Sulfat. β -TCP merupakan komponen utama yang menyusun sekitar 65% dari EthOss®. β -TCP dikenal karena kemampuannya untuk mendukung pertumbuhan tulang baru dan sepenuhnya diresorpsi oleh tubuh seiring dengan pembentukan tulang baru. Kalsium sulfat menyusun sekitar 35% dari kandungan EthOss® yang berfungsi sebagai penghalang atau *barrier* terhadap jaringan lunak, sehingga menghilangkan kebutuhan akan membran kolagen tambahan. Hal ini membantu menciptakan lingkungan yang stabil untuk regenerasi tulang. Kombinasi kedua bahan ini menciptakan lingkungan yang kaya akan ion kalsium dan fosfat sehingga ideal untuk pertumbuhan tulang baru. Setelah proses penyembuhan, EthOss® sepenuhnya diserap oleh tubuh dan tidak meninggalkan sisa material setelah proses penyembuhan selesai.^{4,5}

Untuk pengujian karakteristik material *bone graft* dilakukan berbagai uji seperti uji *surface roughness*, uji *hardness*, dan uji karakteristik lainnya. Berikut pada EthOss® *bone graft* akan ditelaah kristalinitas pada *bone graft* dengan metode karakterisasi yaitu X-Ray Diffraction (XRD).^{6,7} Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk menganalisis karakteristik fasa dan derajat kristalinitas material yang berpengaruh langsung pada kinerjanya dalam regenerasi tulang. XRD digunakan untuk memverifikasi komposisi kristal β -Tri kalsium Fosfat (β -TCP) dan kalsium sulfat dalam EthOss®.^{8,9} Setiap material memiliki pola difraksi yang berbeda. Pola difraksi sinar-X akan menunjukkan puncak spesifik yang sesuai dengan struktur kristal pada material, memastikan kemurnian, dan keberhasilan sintesis material.¹⁰ Kristalinitas memengaruhi kecepatan degradasi material dan sifat osteokonduktif.¹¹ XRD mengukur rasio intensitas puncak kristal terhadap area amorf untuk mengukur derajat kristalinitas.¹²

Pengujian *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) bertujuan untuk mengukur konsentrasi ion kalsium (Ca^{2+}) yang dilepaskan selama proses degradasi material, sebagai

indikator sifat osteokonduktif dan kesesuaiannya dengan proses regenerasi tulang.¹³ AAS digunakan untuk memastikan pelepasan ion kalsium dari EthOss[®] sesuai dengan kebutuhan regenerasi tulang. Kalsium merupakan komponen utama hidroksiapatit, mineral penyusun tulang alami. β -TCP dan kalsium sulfat dalam EthOss[®] terdegradasi dan melepaskan Ca^{2+} ke lingkungan sekitar. Kadar optimal Ca^{2+} merangsang diferensiasi sel osteoblas dan mineralisasi matriks tulang. Dengan mengukur konsentrasi Ca^{2+} dalam larutan uji, AAS membantu memprediksi kecepatan degradasi EthOss[®]. Degradasi yang terlalu cepat menyebabkan Ca^{2+} menumpuk dan menghambat regenerasi, sedangkan degradasi yang terlalu lambat menyebabkan ketersediaan ion kalsium yang tidak mencukupi untuk osteogenesis.^{14,15}

Berdasarkan latar belakang ini maka peneliti tertarik untuk membandingkan dan menganalisis karakteristik kristalinitas dan konsentrasi ion kalsium produk komersil EthOss[®] dan HA yang berperan sebagai material *bone graft* dalam perawatan periodontal.

METODE PENELITIAN

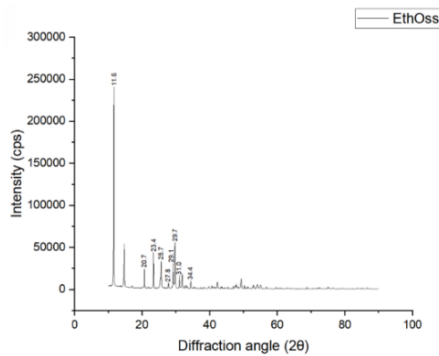
Penelitian ini telah mendapatkan persetujuan etik dengan no. 783/S1/KEPK/FKG/6/2024. Pembuatan sampel HA yang berasal dari tulang sapi dilakukan di Bank Jaringan Dr. Soetomo Surabaya. Bubuk HA yang digunakan dalam penelitian ini berukuran 150 μm dengan prosedur pembuatan sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya.¹⁶

Pada preparasi sampel dan prosedur uji XRD, sampel disiapkan dengan menggilingnya menggunakan *planetary ball mill* dan *sieve shaker*. Sebanyak 0,5 gram sampel disiapkan untuk setiap kelompok pengujian. Pengujian dilakukan menggunakan alat XRD Smartlab Rigaku, yang dinyalakan dengan menekan tombol *power* hijau dan menyalakan *software* XRD untuk mengatur parameter pengujian. Sampel diletakkan pada *holder stage* dengan posisi datar dan tepat di tengah. Pengujian XRD dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$, *scan range* 10-90° dan *step width* 0,01°. Hasil pengujian ditampilkan dalam bentuk grafik dengan puncak-puncak difraksi. Analisis data dilakukan menggunakan *software* Match! dan Origin yang berfungsi untuk mendeteksi fasa kristal dan menghitung derajat kristalinitas. Klasifikasi kristalinitas ditentukan sebagai berikut: $X_c = 0\%-30\%$ (rendah), $X_c = 30\%-70\%$ (sedang), dan $X_c > 70\%$ (tinggi).

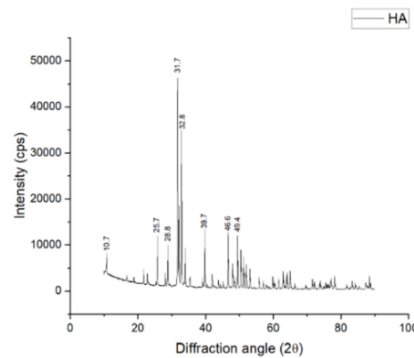
Pada preparasi sampel dan prosedur uji AAS, sampel disiapkan dalam bentuk bubuk dan granul sebanyak 25 mg, lalu dilarutkan dalam larutan Tris-HCl sebanyak 25 mL dengan pH 7,4. Sampel direndam dalam larutan tersebut pada suhu 37°C dalam inkubator selama tujuh hari. Setelah perendaman, sampel disaring menggunakan *Whatman filter paper* untuk memisahkan sampel dari larutan penyangga. Kandungan kalsium dalam larutan dianalisis menggunakan alat *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) yaitu AAS-GFS Thermo Scientific iCE 3000 Series, yang dinyalakan dengan menekan tombol *power*. Gas asetilen serta aliran udara diaktifkan dan disesuaikan tekanannya. Api dan lampu katoda pada alat AAS dinyalakan, lalu larutan sampel dimasukkan ke dalam *spray chamber* untuk proses pengujian. Pengujian dilakukan pada panjang gelombang 422,7 nm untuk mengukur kadar kalsium dalam larutan. Hasilnya dinyatakan dalam bentuk konsentrasi unsur kalsium dengan satuan mg/L.

HASIL PENELITIAN

Gambar 1 dan Tabel 1 memperlihatkan hasil analisis data dengan menggunakan *software* Match! dan Origin untuk mendeteksi fasa kristal dan menghitung derajat kristalinitas. Analisis data XRD memperlihatkan bahwa EthOss[®] memiliki derajat kristalinitas sebesar 68,8% yang menunjukkan bahwa EthOss[®] memiliki kristalinitas sedang, sedangkan hidroksiapatit memiliki derajat kristalinitas sebesar 91,7% yang menunjukkan bahwa hidroksiapatit memiliki kristalinitas tinggi. Analisis data AAS menunjukkan bahwa selama waktu inkubasi, sampel EthOss[®] lebih cepat terlarut sehingga melepaskan konsentrasi ion kalsium yang lebih tinggi dibandingkan hidroksiapatit.



Gambar 1. Grafik hasil XRD sampel EthOss®



Gambar 2. Grafik hasil XRD sampel hidroksiapatit

Tabel 1. Hasil uji XRD dan AAS

Sampel	Fasa Kristal	Derajat kristalinitas	Konsentrasi Ion Kalsium ($\bar{x} \pm SD$)
EthOss®	Trikalsium Fosfat, Kalsium Sulfat Dihidrat	68,8%	24,2 $\pm$ 0,3 mg/L
Hidroksiapatit	Hidroksiapatit	91,7%	8,8 $\pm$ 1,0 mg/L

BAHASAN

Derajat kristalinitas penting untuk dianalisis karena dapat memengaruhi laju degradasi dan regenerasi tulang.^{9,17} Kristalinitas yang terlalu tinggi menurunkan laju degradasi sehingga menyebabkan degradasi menjadi terlalu lama dan mengganggu pembentukan tulang, sedangkan kristalinitas yang terlalu rendah meningkatkan laju degradasi sehingga menyebabkan degradasi menjadi terlalu cepat.¹⁸ Selain itu, derajat kristalinitas memengaruhi kekuatan mekanik pada material. Derajat kristalinitas yang terlalu tinggi menyebabkan material menjadi lebih *brittle*.¹⁹ Hasil analisis data (Tabel 1) menunjukkan bahwa EthOss® memiliki derajat kristalinitas sebesar 68,8% yaitu kristalinitas sedang, sedangkan hidroksiapatit memiliki derajat kristalinitas sebesar 91,7% yaitu kristalinitas tinggi. EthOss® memiliki derajat kristalinitas lebih rendah sehingga lebih baik digunakan sebagai material cangkok tulang karena laju degradasi dan kekuatan mekaniknya lebih baik dibandingkan HA. Derajat kristalinitas EthOss® yang lebih rendah dibandingkan HA juga dapat mendukung adhesi osteoblas pada material.¹⁸

Ion kalsium dalam material berperan penting dalam merangsang proliferasi dan diferensiasi osteoblas, serta mengaktifkan jalur sinyal intrasel pada osteoblas dan osteoklas melalui interaksi dengan reseptor kalsium. Hasil analisis data (Tabel 1) menunjukkan bahwa EthOss® memiliki kelarutan lebih tinggi sehingga dapat melepaskan ion kalsium lebih banyak dan dapat terlarut lebih cepat dibandingkan HA, dimana HA dinyatakan memiliki laju degradasi yang terlalu lama.²⁰ EthOss® dapat terlarut lebih cepat dibandingkan HA sehingga menyediakan ion kalsium yang lebih tinggi agar mendukung proses pembentukan tulang.

SIMPULAN

EthOss® *bone graft* memiliki derajat kristalinitas lebih rendah dibandingkan hidroksiapatit sehingga memiliki laju degradasi, kekuatan mekanik, dan adhesi osteoblas yang lebih baik untuk mendukung pembentukan tulang; serta kelarutan lebih cepat dan konsentrasi ion kalsium lebih tinggi untuk mendukung proses pembentukan tulang.

Konflik Kepentingan

Penulis menyatakan tidak terdapat konflik kepentingan dalam studi ini.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Fakultas Kedokteran Gigi Universitas Trisakti yang

telah membantu mendanai penelitian ini dengan nomor 360/A.1/LPPM-P/USAKTI/X/2024.

DAFTAR PUSTAKA

1. Cheah CW, Namnam NMA, Lau MN, Lim GS, Raman R, Fairbairn P, et al. Synthetic material for bone, periodontal, and dental tissue regeneration: Where are we now, and where are we heading next? *Materials* (Basel). 2021;14(20):1–19. Doi: 10.3390/ma14206123
2. Octarina O, Munadzirah E, Razak FA, Handharyani E, Surboyo MDC. The role of bovine amniotic membrane and hydroxyapatite for the ridge preservation. *Int J Biomater*. 2024. Article 4053527. Available from: <https://doi.org/10.1155/2024/4053527>
3. Octarina, Munadzirah E, Razak FA, Surboyo MDC. Characterisation of bovine amniotic membrane with hydroxyapatite bio-composite. *Coatings*. 2022;12(10):1–11. Available from: <https://www.mdpi.com/2079-6412/12/10/1403>
4. Smiles E. New innovations in implant dentistry - Bone Grafting [Internet]. Available from: <https://www.ealingsmiles.co.uk/new-innovations-in-implant-dentistry-bone-grafting/>
5. Hatahet F, Al-assaf M, Izzat A, Manadili A, Alsabbagh MM. The effects of β -TCP and β -TCP/CS (EthOss®) bone substitutes on rabbit tibia bone healing: a histological comparative study. *Azerb Med Assoc J*. 2023;63(08):10077–86. Available from: <https://ethoss.dental/uploads/files/the-effects-of-b-tcp-and-b-tcps-ethoss-bone-substitutes-on-rabbit-tibia-bone-healing-a-histological-comparative-study-64ef31f6a7438.pdf>
6. Kurniawan FL, Tjandrawinata R, Marpaung C, Pratiwi D, Komariah K. The effect of horn beetle nanochitosan (*Xylotrupes gideon*) addition on the hardness of glass-ionomer cement. *Journal of Indonesian Dental Association*. 2022;5(1):27–31. Available from: <https://doi.org/10.32793/jida.v5i1.719>
7. Livia F, Tjandrawinata R, Marpaung CD, Pratiwi D, Komariah K. The effect of horn beetle nano chitosan (*Xylotrupes gideon*) on the surface roughness of glass-ionomer cement. *Mater Sci Forum*. 2022;1069:161–6. Available from: <https://doi.org/10.4028/p-5mk858>
8. Ali A, Chiang YW, Santos RM. X-ray diffraction techniques for mineral characterization: a review for engineers of the fundamentals, applications, and research firections. *Minerals*. 2022;12(2):1–25. Doi: 10.3390/min12020205
9. Khan H, Yerramilli AS, D'Oliveira A, Alford TL, Boffito DC, Patience GS. Experimental methods in chemical engineering: X-ray diffraction spectroscopy - XRD. *Can J Chem Eng*. 2020;98(6):1255–66. Doi: 10.1002/cjce.23747
10. Ameh ES. A review of basic crystallography and x-ray diffraction applications. *Int J Adv Manuf Tech*. 2019;105:3289–302. Doi: 10.1007/s00170-019-04508-1
11. Hong K. Analysis of crystal structure of bone graft material using analyses of x-Ray diffraction and scanning electron microscope image. *Int J Clin Prev Dent*. 2019;15(4):215–9. Doi: 10.15236/ijcpd.2019.15.4.215
12. Yang M, Zhao H, Hu C, Ashtiani PH, He D, Dang ZM, et al. Largely enhanced dielectric constant of PVDF nanocomposites through a core-shell strategy. *Phys Chem Chem Phys*. 2018;20(4):2777–86. Doi: 10.1039/C7CP06510H
13. Jasmine S, Krishnamoorthy R. Biodegradable materials for bone defect repair. *Mil Med Res*. 2020;7(54):457–70. Doi: 10.1186/s40779-020-00280-6
14. Han Y. High concentrations of calcium suppress osteogenic differentiation of human periodontal ligament stem cells in vitro. *J Dent Sci*. 2021;16(3):817–24. Doi: 10.1016/j.jds.2021.02.011
15. Kuzmenka D, Sewohl C, König A, Flath T, Hahnel S, Schulze F, et al. Sustained calcium(II)-release to impart bioactivity in hybrid glass scaffolds for bone tissue engineering. *Pharmaceutics*. 2020;12(12):1–27. Doi: 10.3390/pharmaceutics12121192
16. Filio P, Octarina, Komariah. Characterization of fabricated bovine hydroxyapatite crystal as socket preservation material: an SEM-EDX and X-ray Diffraction Study. *World J Dent*. 2022;13(S-2):S175–S181. Available from: <https://www.wjoud.com/doi/WJoud/pdf/10.5005/jp-journals-10015-2155>
17. Chacón VPG, Habibovic P. Deconvoluting the bioactivity of calcium phosphate-based bone graft substitutes: Strategies to understand the role of individual material properties. *Adv Heal Mater*. 2017;6(13):1–15. Doi: 10.1002/adhm.201601478
18. Park M, Mah YJ, Kim DH, Kim ES, Park EJ. Demineralized deciduous tooth as a source of bone graft material: Its biological and physicochemical characteristics. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol*. 2015;120(3):307–14. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.oooo.2015.05.021>
19. Ovrebø O, Villa LOT, Rubenis K, Nogueira LP, Rossi F, Ciriello L, et al. The role of collagen and crystallinity in the physicochemical properties of naturally derived bone grafts. *Regen Biomater*. 2024;11:1–13. Doi: 10.1093/rb/rbae093
20. Family R, Solati-Hashjin M, Nik SN, Nemati A. Surface modification for titanium implants by hydroxyapatite nanocomposite. *Caspian J Intern Med*. 2012;3(3):460–5. Available from: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24009915/>