

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pembentukan senyawa kalsium

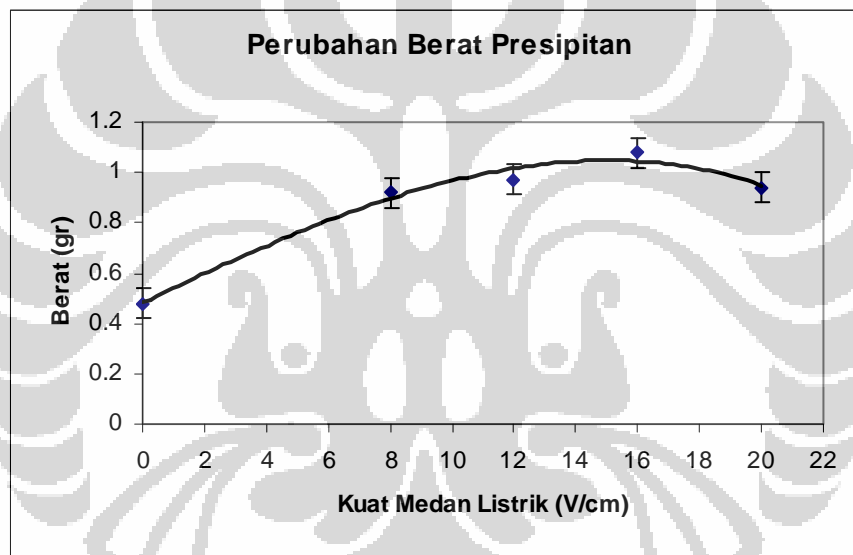
Pembentukan kalsium fosfat dalam penelitian ini menggunakan SBF (Synthetic Body Fluids) dan proses presipitasi. SBF (Synthetic Body Fluids) dapat meningkatkan derajat supersaturasi/kejenuhan ion Ca^{2+} . Meningkatnya derajat supersaturasi Ca^{2+} akan menyebabkan terbentuk hydroxyapatite secara spontan (Nakahira, A et al. 2003).

Data penimbangan senyawa kalsium fosfat hasil presipitasi dengan dan tanpa medan listrik disajikan pada tabel 4.1 dan gambar 4.1.

Tabel 4.1 : Berat senyawa kalsium fosfat hasil presipitasi dengan dan tanpa medan listrik dengan komposisi bahan 1,77 gr $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan 0,99 gr $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$.

No.	Jenis sampel	Kode sampel	Berat (gr)	Berat rata-rata (gr)	Persentasi
1	Tanpa medan listrik	I	0.4682	$0.48 \pm 0,06$	17,4 %
		II	0.5508		
		III	0.4273		
2	8 V/cm	IV	0.9209	0.92 ± 0.02	33,3 %
		V	0.9004		
		VI	0.9318		
3	12 V/cm	VII	0.9513	0.97 ± 0.02	35,1 %
		VIII	0.9938		
		IX	0.9664		
4	16 V/cm	X	1.0816	1.08 ± 0.05	39,1 %
		XI	1.1351		
		XII	1.0375		
5	20 V/cm	XIII	0.9748	0.94 ± 0.03	34,1 %
		XIV	0.9311		
		XV	0.9285		

Rata-rata berat hasil presipitasi tanpa medan listrik sekitar 0,48 gr (17,4 %). Dengan pemberian kuat medan listrik 8 V/cm presipitan yang dihasilkan sekitar 0,92 gr (33,3%). Tren peningkatan hasil presipitan terus terjadi sampai pada kuat medan listrik 16 V/cm. Kuat medan listrik 16 V/cm memberikan pengaruh kenaikan hasil presipitasi sebesar 21,9% dibandingkan dengan tanpa menggunakan medan listrik. Pada saat kuat medan listrik 20 V/cm terjadi penurunan hasil presipitasi sebesar 5 % dibandingkan dengan pada saat kuat medan listrik 16 V/cm.



Gambar 4.1 : Berat senyawa kalsium fosfat terhadap perlakuan pembuatan senyawa kalsium fosfat

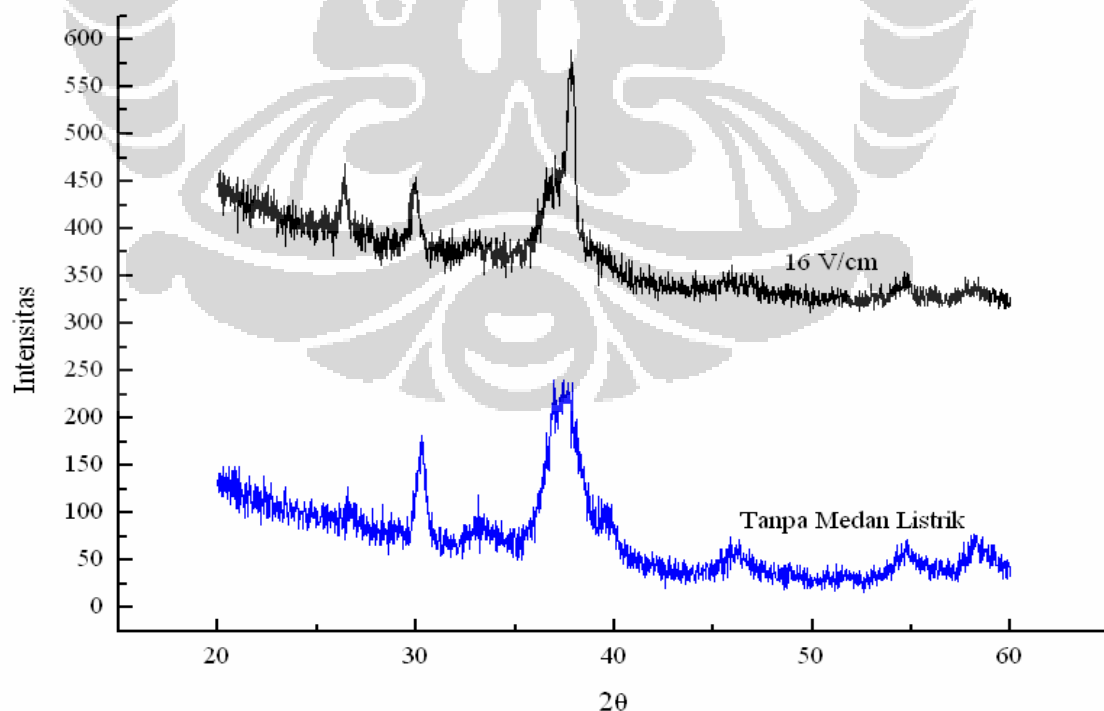
Proses presipitasi yang dipengaruhi oleh medan listrik luar akan menyebabkan ion-ion dalam larutan yang belum bereaksi akan mengalami pengelompokan. Ada dua kelompok yang terbentuk, pertama kelompok ion positif yang terdiri atas Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} , dan Na^+ dan kelompok ion negatif yang terdiri atas Cl^- , HPO_4^{2-} , SO_4^{2-} , OH^- dan HCO_3^- . Kedua kelompok ini akan terpisah disisi yang bersebrangan disebabkan adanya pengaruh medan listrik. Ketika arah medan listrik berubah kedua kelompok akan bergerak mengikuti dan berlawanan arah dengan arah medan listrik. Pada suatu saat kedua kelompok ion akan bertemu dan bereaksi membentuk suatu senyawa. Mengingat konsentrasi

ion Ca^{2+} dan ion HPO_4^{2-} sudah mengalami kejenuhan, sehingga senyawa yang dihasilkan berupa senyawa kalsium fosfat

Medan listrik luar yang cukup tinggi akan menyebabkan ion-ion memiliki kecepatan gerak yang cukup tinggi. Dengan meningkatnya kecepatan gerak ion meningkat pula kecepatan laju reaksi terbentuknya senyawa kalsium fosfat. Medan listrik 16 V/cm lebih efektif untuk menghasilkan senyawa kalsium fosfat.

2. Karakterisasi dengan XRD

Hasil XRD sampel dengan sinar X K- α Cobalt dapat dilihat pada lampiran A. Pola difraksi spektra hidroksiapatite (Hap) dari ICDD (International Centre for Diffraction Data) digunakan sebagai referensi diberikan pada lampiran B. Pola difraksi sampel tanpa dan dengan medan listrik 16 V/cm digunakan untuk mengetahui pengaruh medan listrik terhadap senyawa yang terbentuk pada proses presipitasi. Pola difraksi sampel dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 : Pola difraksi XRD dengan sinar X K- α Cobalt untuk sampel hasil presipitasi tanpa dan dengan pengaruh medan listrik 16 V/cm.

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat disimpulkan bahwa senyawa yang dihasilkan berfase kristalin. Adanya puncak-puncak dapat menunjukkan adanya fase kristalin.

Daftar puncak-puncak pola difraksi sampel beserta kemungkinan senyawa yang terkandung dalam sampel disajikan pada Tabel 4.2 dan lampiran C.

Tabel 4.2 : Puncak-puncak XRD untuk sampel hasil presipitasi tanpa dan dengan medan listrik 16 V/cm.

Jenis Sampel	2 θ (°)	I/I ₀ (%)	FWHM (°)	Phase
Tanpa Medan Listrik	26,705	9	0,64	HAP
	30,315	67	0,24	HAP, Karbonat apatite (A)
	32,790	8	1,28	HAP
	36,920	98	0,24	HAP, Karbonat apatite (A)
	37,740	100	0,96	HAP, Karbonat apatite (A)
	39,825	26	0,48	HAP, Karbonat apatite (A)
	45,810	16	0,20	Karbonat apatite (A)
	46,315	18	0,24	HAP, Karbonat apatite (A)
	54,765	15	0,64	HAP
	58,185	19	0,32	HAP
16 V/cm	26,365	29	0,28	HAP
	29,955	37	0,20	HAP
	32,940	7	0,80	HAP
	36,695	42	0,48	Karbonat Apatite (A)
	37,985	100	0,12	HAP, Karbonat Apatite (A)
	46,435	6	0,1	HAP, Karbonat Apatite (A)
	54,770	12	0,32	HAP

Berdasarkan tabel 4.2 dapat diperkirakan senyawa yang terkandung dalam sampel yang dipengaruhi medan listrik 16 V/cm antara lain HAP, Karbonat apatite (A) dan Karbonat apatite (B). Hal ini dapat ditunjukkan oleh puncak-puncak yang terbentuk. Puncak-puncak untuk HAP (29,955; 37,985; 54,770), dan untuk Karbonat apatite (A) (36,695; 37,985; 46,435). Hasil yang sama dapat terlihat pada sampel yang dipengaruhi medan listrik yang lainnya (Lampiran C).

Ion Ca^{2+} dan ion PO_4^{3-} yang sudah mencapai titik jenuh akan bereaksi dengan ion OH^- . Reaksi ini akan membentuk senyawa hydroxyapatite. Ion CO_3^{2-} yang ada dalam larutan SBF dapat masuk kedalam senyawa hydroxyapatite. Ada dua kemungkinan ion CO_3^{2-} masuk ke dalam hydroxyapatite. Pertama dengan menggantikan posisi ion PO_4^{3-} atau menggantikan ion OH^- . Ion CO_3^{2-} yang menggantikan posisi ion PO_4^{3-} akan membentuk senyawa Karbonat apatite (B) , bila ion CO_3^{2-} menggantikan posisi ion OH^- akan membentuk senyawa Karbonat apatite (A). Hal serupa dikemukakan oleh A cuneyt Tas [18].

Ketika larutan diberi medan listrik ion OH^- akan memiliki kecepatan lebih tinggi dibandingkan ion CO_3^{2-} . Gerakan ion OH^- yang lebih cepat akan meningkatkan kemungkinan untuk bereaksi dengan Ca^{2+} dan PO_4^{3-} , sehingga ion CO_3^{2-} sulit untuk menggantikan posisi ion OH^- . Kemungkinan besar ion CO_3^{2-} hanya bisa menggantikan posisi ion PO_4^{3-} .

Dengan spektra XRD dapat pula diperkirakan ukuran bulir. Perkiraan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer :

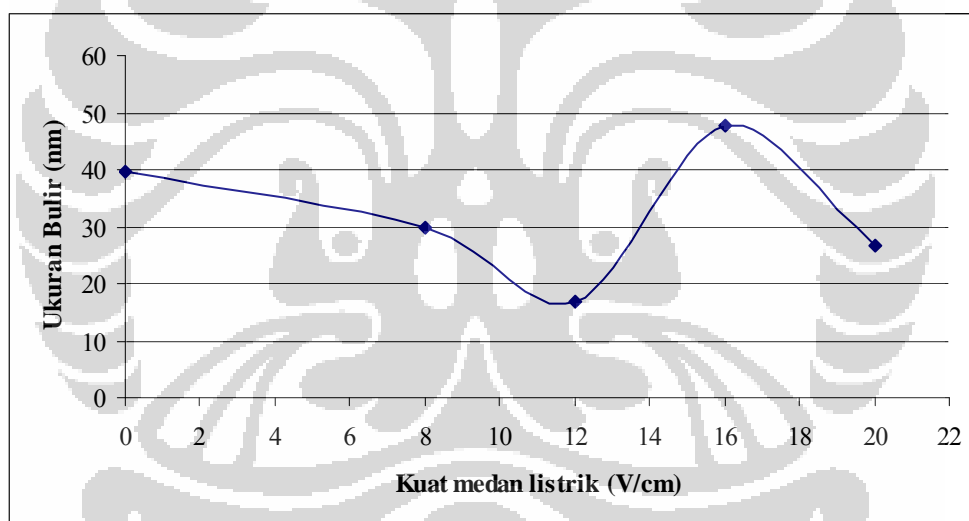
$$D = K\lambda/(\beta \cdot \cos \theta) \quad 1$$

λ adalah panjang gelombang X-ray, θ sudut diffraksi, K adalah konstanta kristal apatite (0,9) [23] dan β adalah FWHM.

Sudut diffraksi puncak sekitar 30° dan bidang (002) milik hydroxyapatite digunakan untuk memperkirakan ukuran bulir. Hasil perhitungan disajikan Tabel 4.3

Tabel 4.3 : Ukuran bulir hydroxyapatite bidang 002 setiap sampel

No	Jenis Sampel	β (FWHM)	2θ	$\text{Cos } \theta$	Ukuran Kristal
1	Tanpa Medan	0,00419 rad	30,315	0,965211	39,8 nm
2	8 V/cm	0,00559 rad	30,075	0,965756	29,9 nm
3	12 V/cm	0,00977 rad	29,890	0,966174	17,0 nm
4	16 V/cm	0,00349 rad	29,955	0,966027	47,7 nm
5	20 V/cm	0,00628 rad	30,160	0,965564	26,5 nm



Gambar 4.3 : Hubungan antara ukuran bulir hydroxyapatite dengan kuat medan listrik yang digunakan pada presipitasi.

Ukuran bulir hydroxyapatite hasil presipitasi tanpa pengaruh medan listrik bernilai 39,8 nm. Dengan menggunakan medan listrik ukuran bulir berkisar antara 17,0 nm – 47,7 nm. Ukuran bulir 47,7 nm diperoleh ketika diberi pengaruh medan listrik 16 V/cm. Sedangkan 17,0 nm diperoleh pada medan listrik 12 V/cm.

Kisi parameter hydroxyapatite dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

d adalah jarak antar bidang, hkl indeks bidang dan a, c , adalah kisi parameter. Nilai d diperoleh dengan menggunakan software APD. Sedang hkl diperoleh dari referensi ICDD. Perbandingan $c/a = 0,731$, nilai perbandingan ini diambil dari referensi ICDD. Nilai kisi parameter hasil perhitungan disajikan pada tabel 4.4 dan gambar 4.5.

Tabel 4.4: Hasil rata-rata kisi parameter dari setiap sampel.

No	Jenis Sampel	$a = b$ (Å)	c (Å)
1	Tanpa medan listrik	$9,41 \pm 0,02$	$6,87 \pm 0,02$
2	8 V/cm	$9,42 \pm 0,03$	$6,88 \pm 0,01$
3	12 V/cm	$9,42 \pm 0,02$	$6,89 \pm 0,01$
4	16 V/cm	$9,40 \pm 0,06$	$6,88 \pm 0,04$
5	20 V/cm	$9,39 \pm 0,05$	$6,88 \pm 0,04$

Tabel 4.4 menunjukkan hubungan kisi parameter hydroxyapatite dengan kuat medan listrik yang digunakan. Nilai kisi parameter yang diperoleh sekitar $a = b = 9,4091$ Å dan $c = 6,8790$ Å. Sedangkan kisi parameter hydroxyapatite murni adalah $a = b = 9,4302$ Å dan $c = 6,891$ Å (Rulis et al.2004) dan berdasarkan data ICDD $a = b = 9,418$ Å dan $c = 6,884$ Å. Penelitian ini dapat menunjukkan bahwa pemberian medan listrik luar pada proses presipitasi tidak mempengaruhi kisi parameter hydroxyapatite.

Secara rata-rata nilai kisi parameter hydroxyapatite hasil penelitian berbeda sedikit lebih kecil dibandingkan dengan literatur yang ada. Perbedaan kecil tersebut dimungkinkan karena HAp hasil presipitasi tidak diketahui kemurniannya. Kehadiran ion dalam larutan seperti Mg^{2+} , Na^+ , CO_3^{2-} , Cl^- memungkinkan untuk masuk ke HAp.