

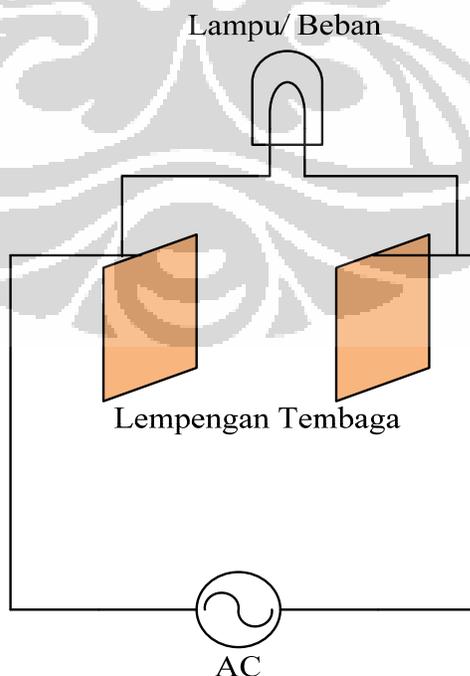
### BAB III

### EKSPERIMEN

#### 1. Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (99%) dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  (99%) sebagai sumber ion kalsium dan fosfat.  $\text{NaCl}$  (99%),  $\text{NaHCO}_3$  (99%),  $\text{KCl}$  (99%),  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (99%),  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (99%),  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (99%),  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (99%),  $\text{HCl}$  1M,  $(\text{NH}_4)\text{OH}$  dan  $(\text{CH}_2\text{OH})_3\text{CNH}_2$  (99%) sebagai bahan baku larutan SBF. Dan Amonia digunakan sebagai menjaga pH larutan agar tetap pada pH sekitar 7,4.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain sumber medan listrik. Sumber medan listrik berupa dua lempengan Tembaga dengan ukuran 10 cm x 10 cm x 0,1 cm. Jarak antara dua lempengan divariasikan mulai 11 cm hingga 27,5 cm untuk mendapatkan kuat medan listrik bolak-balik mulai dari 8 V/cm hingga 20 V/cm. Dan XRD (X-Ray Diffraction) digunakan untuk mengkarakterisasi sampel.



Gambar 3.1: Skematik sumber medan listrik yang digunakan pada penelitian.

## 2. Metode Penelitian

### 2.a. Pembuatan SBF (Synthetic Body Fluids)

SBF (Synthetic Body Fluids) dibuat sesuai dengan metode yang dilakukan oleh (Tas.A.C.2000). Reagen no.1 sampai dengan no.6 dalam tabel 3.1 dimasukkan ke tabung reaksi dan dilarutkan dengan aquades kira-kira 500 mL. Sebelum dimasukkan reagen no.7 dan no.8, dimasukan 15 mL larutan HCl, 1M. Volume larutan ditingkat hingga 1000 mL sambil dimasukkan 25 mL HCl 1M.

Tabel 3.1 : Reagen yang digunakan untuk membuat larutan SBF (Tas.A.C. 2000)

No	Reagen	Jumlah (gr/L)
1	NaCl	6,547
2	NaHCO <sub>3</sub>	2,268
3	KCl	0,373
4	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,178
5	MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,305
6	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,368
7	CaCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O	0,071
8	(CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> CNH <sub>2</sub>	6,057

Dengan metode ini SBF yang dihasilkan akan mengandung berbagai ion. Ion-ion tersebut ditunjukkan dalam tabel 3.2 [18]

Tabel 3.2: Konsentrasi ion larutan SBF dan plasma manusia.

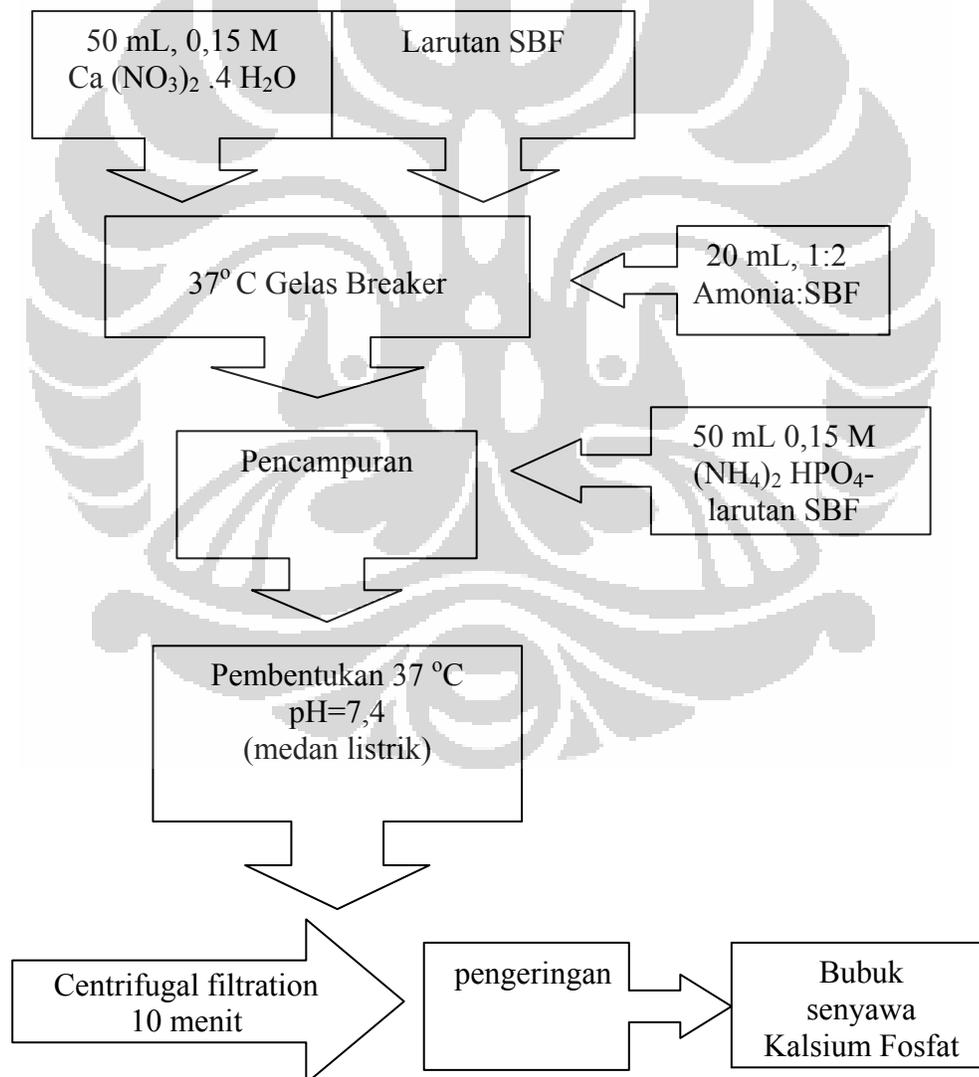
No	Ion	Konsentrasi larutan (mM)	Konsentrasi pada Plasma manusia (mM)
1	Na <sup>+</sup>	142,0	142,0
2	Cl <sup>-</sup>	125,0	103,0
3	HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	27,0	27,0
4	K <sup>+</sup>	5,0	5,0
5	Mg <sup>2+</sup>	1,5	1,5
6	Ca <sup>2+</sup>	2,5	2,5
7	HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1,0	1,0
8	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0,5	0,5

### 2.b. Presipitasi Senyawa Kalsium Fosfat dalam SBF

Dalam penelitian ini, Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O sebanyak 1,77 gr dan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> sebanyak 0,99 gr dilarutkan dengan larutan SBF hingga berkonsentrasi 0,15 M. Larutan Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O sebanyak 50 mL dipanaskan hingga 37°C dan ditetaskan 20 mL larutan yang terdiri atas ammonia dan SBF dengan perbandingan volume 1:2 untuk meningkatkan pH larutan Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O sampai 7,4, kemudian ditetaskan larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> sebanyak 50 mL sambil diaduk dengan magnetic stirrer. Pengadukan dilakukan selama 1 jam dan nilai pH dan temperatur tetap dipertahankan pada nilai 7,4 dan 37°C.

Dengan langkah yang sama, hanya pada proses penetasan larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> campuran tersebut selain diaduk dengan magnetic stirrer juga diberi pengaruh medan listrik selama 1 jam. Kuat medan listrik bolak-balik yang digunakan ialah 8 V/cm, 12 V/cm, 16 V/cm dan 20 V/cm yang diproduksi dengan beda potensial 220 V. Setiap pembuatan sampel dengan dan tanpa medan listrik dibuat masing-masing 3 sampel (triplo).

Setelah larutan berubah warna putih, larutan tersebut diendapkan untuk memisahkan endapan dan larutan. Selanjutnya dilakukan sentrifugal yang bertujuan untuk memisahkan larutan yang tersisa selama 10 menit, 3400 rpm sebanyak 2 kali. Endapan tersebut dikeringkan pada furnace dengan suhu 110°C selama 10 jam dengan laju kenaikan 2°C/Menit. Setelah dikeringkan sampel ditimbang dan dijadikan bubuk dengan cara digerus. Proses dapat terlihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.2: Bagan pembuatan senyawa kalsium fosfat dalam SBF.

### 2.c. Karakterisasi sampel

Sekitar 150 mg sampel diletakkan di plat kaca kemudian sampel tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD PANalytical tipe PW 2256/20 dengan sumber X-Ray Co yang memiliki panjang gelombang 1,78896 Å. Pengambilan data difraksi dilakukan pada rentang sudut difraksi  $2\theta = 20^\circ$  sampai  $2\theta = 60^\circ$ . Dengan menggunakan software APD (Automated Powder Diffraction) version 3. 5 Copyright 1987-1992 Philips dapat diperoleh puncak-puncak, nilai d (jarak antar bidang) dan  $\beta$  (FWHM).

Karakterisasi X-Ray Diffraction dilakukan untuk mengetahui senyawa kalsium fosfat yang terkandung dalam sampel yang dibuat dalam penelitian ini. Selain itu XRD juga dapat digunakan untuk menghitung parameter kisi dan ukuran partikel senyawa kalsium fosfat yang terbentuk. Untuk mengetahui ukuran partikel digunakan persamaan Scherrer untuk bidang hkl yakni:

$$D = K\lambda/\beta.\cos \theta$$

dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar X yang digunakan,  $\beta$  adalah harga lebar setengah maksimum, K adalah konstanta variasi kristal dan  $\theta$  adalah sudut difraksi.

Persamaan jarak antar bidang pada geometri kristal heksagonal dan data yang dihasilkan oleh XRD, dapat kita gunakan untuk menghitung kisi parameter. Persamaan tersebut dapat dilihat dibawah :

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