

**DIP-COATING SENYAWA KALSIUM FOSFAT DARI BATU
KAPUR BUKIT TUI DENGAN VARIASI RATIO MOL Ca/P
MELALUI METODE SOL-GEL**

Tesis

LIA ANGGRESANI
0921207002



**PROGRAM STUDI KIMIA
PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
2011**

**Dip-Coating Senyawa Kalsium Fosfat Dari Batu Kapur Bukit Tui Dengan
Variasi Ratio Mol Ca/P Melalui Metode Sol-Gel**

Oleh: Lia Anggresani

(dibawah bimbingan Syukri Arief dan Novesar Jamarun)

RINGKASAN

Dewasa ini kebutuhan masyarakat akan bahan rehabilitasi jaringan tulang dan gigi cukup besar, sehingga berbagai upaya dikembangkan untuk mencari alternatif bahan rehabilitasi jaringan tulang dan gigi yang baik, terjangkau bagi masyarakat serta dapat menggantikan struktur jaringan yang hilang tanpa menimbulkan efek negatif. Pengembangan bahan biomaterial sintesis sebagai bahan rehabilitasi jaringan tulang dan gigi diharapkan dapat meningkatkan pertumbuhan sel-sel yang akan melanjutkan fungsi daur kehidupan jaringan yang digantikan.

Salah satu bahan yang sedang dikembangkan sebagai biomaterial sintesis adalah biokeramik kalsium fosfat. Kalsium fosfat merupakan suatu subjek yang menarik dari beberapa penelitian ilmiah karena aplikasinya yang luas sebagai pengganti tulang dan gigi dalam bentuk keramik dan polimer matriks komposit.

Dalam penelitian ini penulis memanfaatkan batu kapur dengan mengolahnya menjadi bahan baku untuk sintesis kalsium fosfat yaitu sebagai sumber kalsium. Dengan cara ini maka batu kapur dapat dimanfaatkan dalam sektor kesehatan yaitu dalam aplikasi klinis untuk penelitian dibidang medis dan untuk perkembangan dalam pembuatan biomaterial yang berguna untuk *implant*. Dari semua daerah penghasil batu kapur tersebut, batu kapur Bukit Tui, Kota

Padang Panjang merupakan daerah yang paling banyak pemanfaatan potensi batu kapurnya.

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis kalsium fosfat. Akan tetapi penulis pada penelitian kali ini menggunakan metode pelapisan dip-coating melalui proses sol-gel untuk menghasilkan senyawa kalsium fosfat. Pada penelitian ini juga dipelajari pengaruh variasi ratio mol Ca/P untuk melihat perubahan struktur dan morfologi yang dihasilkan dengan berbagai variasi tersebut.

Penelitian ini bertujuan untuk: 1) Mempelajari pembuatan kalsium fosfat dari batu kapur bukit tui dengan metode sol-gel, 2) Mempelajari proses pembuatan lapisan tipis senyawa kalsium fosfat dengan metode dip-coating melalui proses sol-gel.

Penelitian dilakukan di laboratorium kimia material Universitas Andalas sejak Juni 2010 hingga Desember 2010. Bahan-bahan yang digunakan adalah batu kapur bukit tui sebagai sumber kalsium, diamonium hidrogen fosfat sebagai sumber fosfat, Etanol sebagai pelarut, HNO_3 , DEA (dietanolamine) sebagai penstabil dan akuades. Alat yang digunakan diantaranya peralatan gelas, magnetik bar, stirer, kertas saring Whatman 42, Corong Buchner, Pompa vakum, Oven, kertas pH, plat kaca, Buret, Peralatan dip-coating dan Furnace, XRF, FTIR, XRD dan SEM.

Sampel yang dianalisis FTIR merupakan powder kalsium fosfat dengan berbagai variasi ratio mol Ca/P. Dari hasil FTIR teridentifikasi adanya vibrasi gugus ikatan P-O pada PO_4^{3-} , ikatan CO_2 dan O-H. Hal ini menandakan bahwa adanya gugus kalsium fosfat pada sampel yang dibuat.

Dari hasil XRD powder dengan berbagai variasi ratio mol Ca/P didapatkannya struktur $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (kalsium posfat) sesuai dengan JCPDS – 712123 dan pada variasi mol Ca/P 1,7 terbentuk juga struktur lain yaitu hydroxyapatite (HA) sesuai dengan JCPDS – 740566. Ukuran kristal pada masing-masing variasi ratio mol Ca/P adalah 28 ; 29 ; 21 ; 21 dan 31 nm.

Dengan adanya struktur lain pada variasi ratio mol Ca/P 1,7 menyebabkan pada variasi inilah akan dilakukan tahap selanjutnya yaitu pencelupan (dip-coating) dan hasil XRD lapisan tipis hanya menunjukkan 1 puncak, ini diindikasikan adanya kristal walaupun belum sempurna. Puncak tersebut merupakan puncak dari kalsium fosfat dan ukuran kristalnya sebesar 45 nm.

Hasil pengukuran SEM dilakukan terhadap powder dan lapisan tipis dengan variasi ratio mol Ca/P 1,7. Hasil SEM powder berbentuk spherical dan memiliki distribusi partikel yang merata dan rapat. Distribusi ukuran partikel berkisar antara 0,25 – 0,75 μm . Sedangkan hasil SEM lapisan tipis memiliki sebaran partikel kurang merata dengan adanya sedikit bongkahan dan bongkahan itu ketika diperbesar memperlihatkan bentuk yang seperti bunga. Distribusi ukuran partikel berkisar antara 0,11 – 3,7 μm .

Adanya perbedaan hasil SEM powder dan hasil SEM lapisan tipis ini disebabkan karena pada powder pengkalsinasian dilakukan pada suhu 950°C sedangkan pada lapisan tipis pengkalsinasian dilakukan pada suhu 400°C sehingga pada lapisan tipis masih adanya karbon yang melekat pada kaca yang menyebabkan hasil SEM yang kurang bagus dibandingkan hasil SEM powder.

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini kebutuhan masyarakat akan bahan rehabilitasi jaringan tulang dan gigi cukup besar, sehingga berbagai upaya dikembangkan untuk mencari alternatif bahan rehabilitasi jaringan tulang dan gigi yang baik, terjangkau bagi masyarakat serta dapat menggantikan struktur jaringan yang hilang tanpa menimbulkan efek negatif.

Pengembangan bahan biomaterial sintesis sebagai bahan rehabilitasi jaringan tulang dan gigi diharapkan dapat meningkatkan pertumbuhan sel-sel yang akan melanjutkan fungsi daur kehidupan jaringan yang digantikan. Salah satu bahan yang sedang dikembangkan sebagai biomaterial sintesis adalah biokeramik. Belakangan ini keramik tidak hanya digunakan sebagai komponen kendaraan bermotor, peralatan rumah tangga, bahan bangunan dan lain-lain. Akan tetapi teknologi keramik telah diarahkan sebagai bahan penambahan dan rehabilitasi jaringan.

Di dalam bahan biokeramik tersebut dikenal dengan adanya bahan bioaktif (ion Ca^{2+}). Bahan bioaktif tersebut adalah bahan yang dapat menimbulkan respon biologis spesifik pada pertemuan bahan dengan jaringan yang akan menimbulkan proses pembentukan tulang (osteogenesis) antara bahan dengan jaringan. Berbeda dengan bahan bio pada umumnya yang merupakan material inert karena hampir tidak beraksi dengan jaringan tubuh, bahan bioaktif mempunyai kemampuan untuk terikat secara langsung dengan tulang. Keuntungan material ini lebih stabil sebagai bahan implant dan lebih tahan lama (Vallet *et al.*, 2004 and Carter *et al.*, 2007).

Kalsium fosfat (CaP) merupakan suatu subjek yang menarik dari beberapa penelitian ilmiah dikarenakan aplikasinya yang luas sebagai pengganti tulang dan gigi dalam bentuk keramik dan polimer matriks komposit (Chong *et al.*, 2004). Untuk menghasilkan biokeramik CaP yang berkualitas tinggi untuk pengganti tulang buatan, powder CaP yang sangat halus biasanya digunakan. Namun sulit untuk mendapatkan senyawa murninya dikarenakan kalsium fosfat mempunyai banyak turunan dan sintesis dari kalsium fosfat sangat bergantung pada kondisi reaksi dan perbandingan *rasio mol Ca/P* (Lee *et al.*, 1997).

Dalam penelitian ini dilakukan pemanfaatan batu kapur dengan mengolahnya menjadi bahan baku pada sintesis kalsium fosfat yaitu sebagai sumber kalsium. Seperti yang diketahui bahwa batu kapur mengandung sebagian besar mineral kalsium karbonat yaitu sekitar 95%. Kandungan kalsium karbonat akan diubah menjadi oksida yaitu kalsium oksida dengan kalsinasi sehingga lebih mudah dimurnikan untuk mendapatkan kalsiumnya. Dengan cara ini maka batu kapur dapat dimanfaatkan dalam sektor kesehatan yaitu dalam aplikasi klinis untuk penelitian dibidang medis dan untuk perkembangan dalam pembuatan biomaterial yang berguna untuk *implant* adalah senyawa kalsium fosfat.

Dari semua daerah penghasil batu kapur tersebut, batu kapur Bukit Tui, Kota Padang Panjang merupakan daerah yang paling banyak pemanfaatan potensi batu kapurnya. Potensi batu kapur Bukit Tui di Padang Panjang memiliki kandungan unsur kimia yaitu CaO (52,32-57,45 %), MgO (0,96-4,55%), Fe₂O₃ (0,32-2,47%) dan SiO₂ (0,49-1,52%) (Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Propinsi Sumatera Barat, 2008). Bentuk produksinya berupa kapur bakar dan giling yang dikelola oleh

penduduk sekitar secara tradisional dengan menggunakan peralatan yang sangat sederhana.

Berbagai metode telah dikembangkan untuk sintesis kalsium fosfat. Pada umumnya sintesis partikel kalsium fosfat menggunakan metode reaksi fase padat yang merupakan proses yang relatif sulit untuk menghasilkan material dengan komposisi yang homogen dan ukuran yang seragam. Disamping itu metode ini membutuhkan reaksi pada suhu tinggi lebih dari 1000°C dan waktu reaksi yang lama (Kottaisamy *et al.*, 1997). Selain itu produk dari metode fase padat ini masih membutuhkan proses lanjutan untuk memperkecil ukuran hingga skala micrometer seperti ball mill atau grinding. Proses memperkecil ukuran ini biasanya menyebabkan permukaan partikel mengalami kerusakan yang akan mengurangi kualitas produk.

Metode lain yang digunakan adalah metode proses liquid diantaranya metode sol-gel. Sehingga pada penelitian ini digunakan metoda pelapisan dip-coating melalui proses sol gel untuk menghasilkan senyawa kalsium fosfat yang homogen dan ukuran yang seragam. Metode sol-gel merupakan metode yang digunakan untuk pembentukan bahan-bahan anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada temperatur relatif rendah. Metode sol-gel adalah metoda flexible untuk mempersiapkan film biokompatibel dengan struktur kompleks. Adapun substrat yang digunakan adalah kaca (*glass*) dengan penambahan surfaktan pada proses sintesis. Penelitian ini menggunakan variasi *ratio* molar Ca/P 1,5 ; 1,6 ; 1,67 ; 1,7 dan 1,8. Dilakukannya variasi ini untuk melihat perubahan struktur dan morfologi yang dihasilkan dengan berbagai variasi tersebut.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan bahwa :

1. Pembuatan senyawa kalsium fosfat dapat dibuat dengan menggunakan batu kapur Bukit Tui sebagai precursor kalsium dan diammonium hydrogen fosfat sebagai precursor fosfat dengan metode sol-gel.
2. Dari Pola XRD powder didapatkan struktur Kalsium Fosfat dan pada variasi *ratio* mol Ca/P 1,7 didapatkan juga struktur lain yaitu Hydroxyapatite (HA) sedangkan dari pola XRD lapisan tipis didapatkan 1 puncak yang mengindikasikan adanya kristal Kalsium Fosfat walaupun belum sempurna.
3. Hasil powder SEM memperlihatkan kalsium fosfat yang berbentuk spherical dan memiliki distribusi partikel yang merata serta rapat sedangkan hasil lapisan tipis memperlihatkan sebaran partikel kurang merata dan sedikit bongkahan.

5.2 Saran

Adapun saran yang diberikan untuk peneliti selanjutnya adalah :

1. Peneliti selanjutnya sebaiknya mengontrol baik penambahan precursor.
2. Peneliti selanjutnya dapat menggunakan metode pelapisan yang lain dan menggunakan substrat yang dapat digunakan pada pemanasan tinggi

DAFTAR PUSTAKA

- Brinker C. J, Sol-Gel Transition in Simple Silicates, *J. Non-Crystalline Solids*, 1982, 48, 47.
- Brinker C. J, and Hurd Alan J, Fundamentals of sol-gel dip-coating, *J. Phys III France*, 1994, 4, 1231-1242.
- Bush J.G, 1998, *Determinative Mineralogy and Blow Pipe Analysis*, John Willey and Sons, Inc, Chapman and Hall, 289.
- Carter C. B, and M. G, *Ceramic Materials, Science and Engineering*, Springer Science Business Media, LLC, New York, 2007, 644-645.
- Chong Liang, Zhaoyang Li, De'an Yang, Yuanyuan Li, Zi Yang, and William W. Lu, Synthesis of Calcium Phosphate / Calcium Sulphate Powder, *J. Materials Chemistry and Physics*, 2004, 88, 285-289.
- Costa Hermes de Souza, Pereira Magalhaes Marivalda, Mansur Herman Sander, Characterization of Calcium Phosphate Coating and Zinc Incorporation on the Porous Alumina Scaffolds, *Materials Research Vol 10*, 2007, 1, 27-29.
- Dachriyanus, 2004, *Analisis Senyawa Organik Secara Spektroskopi*, Andalas University Press, Padang, 21-25.
- Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Provinsi Sumatera Barat, 2008. *Informasi Potensi Sumber Daya Mineral dan Energi Provinsi Sumatera Barat*.
- Guigilemi M, and G. Carturan, Precursor for Sol-Gel Preparation, *J. Non Cryst Solid*, 1998, 100, 16-30.
- Hassibi M, 1993, *Factors Affecting Quality of CaO*, 3rd International Sorbalyt Symposium, New Orleans, USA.
- Holowacz Iwona, Podbielska Halina, Bauer Joanna, and Ulatowska-Jarza Agnieszka, Viscosity, Surface Tension, and Refractive Index of Tetraethylorthosilicate-based Sol-Gel Materials Depending On Ethanol Content, *Optica Applicata Vol. XXXV*, 2005, 4, 691 – 699.
- Jamarun Novesar, Harmileni dan Arief Syukri, *Sintesis Senyawa Apatite Dengan Menggunakan Batu Kapur Sebagai Sumber Kalsium*. Prosiding Semirata PTN Barat Bidang Ilmu MIPA. Universitas Andalas. 2010, 770 -777.