

II. TINJAUAN PUSTAKA

Dalam tinjauan pustaka ini akan dijelaskan tentang beberapa konsep dasar teori yang mendukung topik penelitian. Pembahasan dimulai dengan penjelasan mengenai komposit, biokeramik, tulang sapi, hidroksiapatit, silika dan karakterisasi material komposit biokeramik hidroksiapatit dengan pencampuran 10% berat silika yang meliputi *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

A. Komposit

Komposit adalah campuran dua material atau lebih untuk menghasilkan suatu material baru. Jika dilihat dari komposisinya komposit dibagi menjadi dua, matriks dan penguat (*Filler*). Matriks adalah fasa dalam komposit yang mempunyai bagian atau fraksi volume terbesar (dominan) yang berfungsi sebagai penyokong dan pengikat fasa. Sedangkan penguat (*filler*) adalah *reinforcement* (penguat) yang berfungsi sebagai penanggung beban utama pada komposit. Bahan komposit dapat didefinisikan sebagai bahan rekayasa yang diperoleh dari kombinasi dua atau lebih bahan sehingga menghasilkan sifat yang lebih baik dari pada ketika komponen individu itu digunakan sendiri (Campbell, 2010). Logam, keramik, dan polimer dapat digunakan sebagai material pengikat pada pembuatan komposit tergantung dari sifat yang ingin dihasilkan (Suswanto, 2013). Komposit

dikenal sebagai bahan teknologi dan bukan bahan struktur konvensional yang artinya bahan ini diperoleh dari hasil teknologi pemrosesan bahan. Kelebihan material komposit dibandingkan dengan logam adalah ketahanan terhadap korosi atau pengaruh lingkungan bebas dan untuk jenis komposit tertentu memiliki kekuatan dan kekakuan yang lebih baik (Andri dan Johar, 2011).

B. Biomaterial dan Biokeramik

Secara umum biomaterial dapat diartikan sebagai material yang ditanam di dalam tubuh manusia untuk mengganti jaringan atau organ tubuh yang terserang penyakit atau yang rusak dan cacat. Biomaterial memainkan peranan penting dalam banyak aspek terapi pada dunia kesehatan, alat-alat kesehatan, *prostheses*, pendistribusi obat (*drug delivery system*), teknik diagnostik, perbaikan jaringan (*tissue*) dan *replacement technology*. Karena memiliki potensial yang besar dalam peningkatan kualitas hidup, biomaterial merupakan salah satu fokus utama pada bidang riset / penelitian di seluruh dunia (Anderson, 2001).

Semakin bertambahnya jumlah penduduk dunia setiap tahunnya membuat kebutuhan akan kesehatan juga semakin meningkat. Hal ini juga menjadi salah satu faktor berkembang pesatnya penelitian tentang biomaterial. Berdasarkan bahan pembentuk dan sifatnya biomaterial dikelompokkan menjadi empat yaitu: biomaterial logam, biomaterial polimer (*biopolymer*), biomaterial keramik (*bioceramic*) dan biomaterial komposit. Biomaterial logam yang banyak diteliti dan dikembangkan adalah biomaterial logam mampu luruh. Biomaterial logam mampu luruh merupakan paduan logam yang ditanamkan ke dalam jaringan tubuh yang diharapkan mampu terdegradasi secara alami karena keberadaannya tidak

diperlukan secara permanen dalam tubuh, contohnya seperti *stent* jantung. Sejauh ini telah dikembangkan dua jenis biomaterial logam yaitu paduan magnesium dan paduan besi. Biomaterial polimer (*biopolymer*) contohnya adalah selulosa dan *starch*, protein dan peptida, serta DNA dan RNA adalah biopolimer yang diproduksi oleh organisme hidup, dimana unit monomernya adalah gula, asam amino dan nukleotida. Selulosa adalah biopolimer yang paling umum dan juga merupakan senyawa organik yang paling banyak di bumi. Biomaterial keramik (*bioceramic*) merupakan fokus pembahasan pada penelitian ini, dimana keramik dikenal sebagai sintesis anorganik, solid dan material kristalin. Keramik yang digunakan sebagai biomaterial untuk mengisi cacat pada gigi atau tulang, untuk melengkapi grafit tulang, patahan, atau *prostheses* pada tulang dan untuk menggantikan jaringan yang rusak disebut biokeramik. Biokeramik harus memiliki sifat biokompatibilitas yang tinggi dan *antithrombogenic*, harus tidak beracun, tidak beralergi, tidak memiliki sifat karsinogen atau tetrasitogen dan tahan lama sedangkan biomaterial komposit merupakan kombinasi material yang direkayasa untuk mendapatkan sifat-sifat yang diinginkan dalam memenuhi kriteria sebagai biomaterial (Binnaz and Sener, 2012).

Keramik adalah material logam dan non logam yang memiliki ikatan atom ionik dan ikatan kovalen. Sedangkan pengertian biokeramik adalah keramik yang digunakan untuk kesehatan tubuh dan gigi pada manusia. Sifat biokeramik antara lain tidak beracun, tidak mengandung zat karsinogenik, tidak menyebabkan alergi, tidak menyebabkan radang, memiliki biokompatibilitas yang baik dan tahan lama. Kelebihan biokeramik adalah biokeramik memiliki biokompatibilitas yang baik dengan sel-sel tubuh dibandingkan dengan biomaterial polimer atau logam

(Malhotra *et al.*, 2014). Oleh karena itu, biokeramik digunakan untuk tulang, persendian, dan gigi. Bahan yang sering digunakan adalah hidroksiapatit (HA) dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, hal ini karena material ini baik untuk transplantasi tulang karena dapat berikatan dengan tulang, tidak beracun, biokompatibel dan osteoinductive (Garakani *et al.*, 2011).

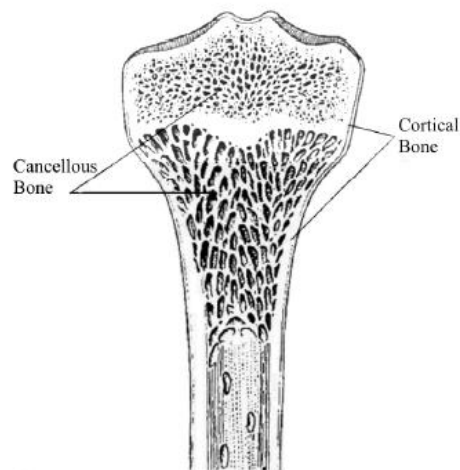
C. Tulang Sapi

Tulang adalah Jaringan yang tumbuh sehingga secara terus menerus dapat diperbaharui dan direkonstruksi. Tulang terbuat dari kolagen, protein dan kalsium fosfat, unsur mineral yang ada menambah kekuatan dan kekerasan struktur kerangka. Kombinasi kollagen dan kalsium membuat jaringan kompleks ini mempunyai sifat keras, kuat dan kaku. Di dalam tubuh, tulang mempunyai fungsi sebagai sistem penggerak dan pelindung organ tubuh (yolanda, 2009). Komponen utama tulang adalah mineral organik (terutama kolagen serat) dan anorganik fase, yang dikenal sebagai hidroksiapatit biologis yang merupakan 65-70% dari berat tulang alami. Penyusun utama tulang adalah kolagen (20%), kalsium fosfat (69%) dan air (9%). Sebagai tambahan, bahan organik lain seperti protein, polisakarida dan lemak juga terdapat dalam jumlah yang kecil (Padnamabhan *et al.*, 2007).

Tulang sapi dipilih sebagai bahan utama pembuatan komposit biokeramik hidroksiapatit yang nantinya akan digunakan pada bidang medis sebagai implan pada tulang manusia karena memiliki karakteristik mekanik dan struktur yang hampir sama dengan tulang manusia (sama-sama mamalia dan vertebrata). Selain itu tulang sapi lebih mudah diperoleh dan memiliki penampang tulang yang cukup lebar sehingga dalam pengambilan spesimen atau sampel lebih mudah.

Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (BPS), jumlah ternak sapi yang dipotong di Provinsi Lampung dari tahun 2000 sampai dengan tahun 2013 rata-rata pertahun 11.490 ekor. Bahkan untuk tahun 2013 saja jumlah sapi yang tercatat dipotong pada rumah pematangan hewan tercatat mencapai 14.364 ekor sapi (BPS, 2014). Banyak jumlah sapi yang dipotong setiap tahunnya akan sebanding dengan jumlah limbah tulang sapi yang dihasilkan. Tulang sapi memiliki kandungan kalsium fosfat sebanyak 58,3% sehingga digunakan tulang sapi sebagai bahan untuk sintesis biokeramik hidroksiapatit (Wahdah dkk., 2014). Menurut Yolanda (2009) penggunaan tulang sapi dikarenakan mudah didapat lebih ekonomis dan secara umum lebih padat dan berisi dibanding tulang kambing atau tulang hewan lainnya. Secara kimia, tulang sapi mengandung unsur seperti kalsium dan fosfor. Kalsium yang terkandung dalam tulang sapi adalah sebesar 7,07% dalam bentuk senyawa CaCO_3 , 1,96% dalam bentuk senyawa CaF_2 , dan 58,30% dalam bentuk senyawa $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ sedangkan fosfor sebanyak 2,09% dalam bentuk senyawa $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$ dan 58,30% dalam bentuk senyawa $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Kalsium dan fosfor merupakan unsur utama pembentuk hidroksiapatit sehingga tulang sapi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis hidroksiapatit (Fahimah dkk., 2014).

Pada penelitian sebelumnya Joschek *et al.* (2000), mengatakan bahwa terdapat perbedaan signifikan antara biokeramik hidroksiapatit dengan tulang asli. Meningkatnya sifat porositas, ukuran pori dan luas permukaan sangatlah penting untuk pengobatan pada tulang. Ada dua jenis tulang yang paling baik dalam penggunaan biokeramik yaitu: tulang kanselus dan tulang kortikal. Berikut adalah gambar tulang kanselus dan tulang kortikal.



Gambar 2.1 Tulang kanselus dan tulang kortikal (Widyastuti, 2009).

Tulang kortikal banyak dipilih sebagai bahan utama pembuatan hidroksiapatit karena lebih tebal dan banyak mengandung kalsium dan fosfat. Tulang kortikal atau kompak adalah tulang padat yang terdiri dari silinder paralel unit dan ditemukan di poros tulang panjang (Widyastuti, 2009).

D. Hidroksiapatit

Hidroksiapatit (HA) $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah unsur anorganik alami yang berasal dari tulang yang dapat dimanfaatkan untuk regenerasi tulang, memperbaiki, mengisi, memperluas dan merekonstruksi jaringan tulang pada manusia (Demirkol *et al.*, 2012). Hal ini dikarenakan hidroksiapatit memiliki sifat biokompatibilitas yang sempurna dan mirip dengan struktur jaringan keras manusia (Purwamargapratala, 2011).

Terdapat dua jenis utama hidroksiapatit yaitu hidroksiapatit alami dan buatan. Jenis hidroksiapatit alami diproduksi dari berbagai sumber alami (yaitu tulang/gigi manusia, tulang sapi, tulang domba, tulang ayam) dengan metode

kalsinasi (Agaogullari *et al.*, 2011). Hidroksiapatit pada makhluk hidup biasanya disebut juga dengan *biological hydroxyapatite* atau bio-HA. Bio-HA yang diimplankan dalam waktu yang sementara harus stabil selama proses penyembuhan sampai bio-HA tersebut dilepaskan kembali. Bio-HA yang diimplankan secara permanen, disamping harus bioaktif dan biokompatibel, juga harus mempunyai kekuatan yang tinggi dan tahan terhadap korosi dalam waktu yang sangat lama. Bahan ini dapat diperoleh dari manusia yang bersangkutan yang disebut *autograft*, dari manusia lainnya yang disebut *allograft* dan dari hewan yang disebut *xenograft*. Pemakaian *autograft* biasanya tidak menimbulkan reaksi penolakan dari tubuh, hanya saja ketersediaannya terbatas dan mempersyaratkan pembedahan (Mulyaningsih, 2007). HA alami dapat diperoleh dengan mudah, namun berpotensi terhadap hal-hal yang tidak diinginkan, dapat menularkan penyakit fatal seperti *Human Immunodeficiency Virus* (HIV). Aplikasinya terbatas karena sifat mekanik implan yang rendah. Menurut Demirkol *et al* (2012), permasalahan tentang penularan penyakit dapat disiasati dengan membakar hidroksiapatit pada suhu 850° C, karena pada suhu tersebut dipastikan dapat membersihkan semua pengotor dan dapat membunuh semua bakteri serta penyakit ada pada bahan hidroksiapatit. Produksi hidroksiapatit (HA) dari sumber alami lebih disukai karena alasan ekonomis.

Beberapa keunggulan hidroksiapatit pada bidang medis antara lain adalah tidak beracun dan biokompatibel, tetapi memiliki sifat mekanik yang relatif rendah terutama di lingkungan basah dan tidak diserap oleh tubuh sehingga cocok digunakan untuk restorasi jangka panjang. Namun, memiliki *osteointegration* (penggabungan tulang) yang relatif lambat (Palard *et al.*, 2008) serta memiliki

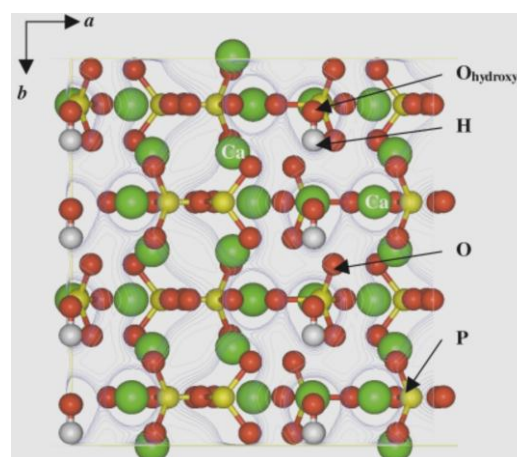
kekuatan dan ketangguhan patah yang dibatasi hanya dengan luas penampang pada beban. Oleh karena itu, banyak upaya telah dilakukan untuk meningkatkan mekanik properti melalui penggabungan tahap kedua keramik (Kim *et al.*, 2003).

Pori-pori HA yang letaknya tidak teratur dan tidak saling berhubungan satu sama lain (tidak rekat) juga menyebabkan pori-pori menjadi faktor yang melemahkan kekuatan bahan HA. Ukuran butir juga menurunkan kekuatan bahan HA dengan mempengaruhi ikatan antara butir. Oleh karena itu, untuk mendapatkan hidroksiapatit dengan karakter-karakter yang diharapkan, banyak para peneliti menggabungkan hidroksiapatit dengan material pengisi guna meningkatkan nilai mekanis yang disebut dengan komposit. Salah satu material yang banyak digunakan pada penelitian penelitian sebelumnya untuk meningkatkan nilai mekanik hidroksiapatit adalah silika. Menurut Nakata *et al* (2009), Palard *et al* (2009) dan Oktar *et al* (2007), penggabungan silikat dalam struktur apatit dapat meningkatkan bioaktivitas dengan meningkatkan kecepatan dan kualitas proses perbaikan tulang. Hal ini terjadi karena meningkatnya laju disolusi bahan, yang bisa mendukung aktivitas selular dan proses perbaikan tulang. Silika juga dapat mengisi ruang kosong yang ada di dalam partikel hidroksiapatit sehingga menambah nilai mekanik.

Karakter penting lainnya sehubungan dengan penggunaan kalsium fosfat dalam bidang medis adalah kemurnian bahan dan komposisi fasanya. Hal ini akan berpengaruh secara signifikan ketika bahan tersebut digunakan sebagai bahan tulang tiruan, bahan tambalan gigi atau *drug carrier* ketika kontak langsung dengan jaringan tubuh. Senyawa kalsium fosfat hidroksiapatit biasanya digunakan

dalam bentuk serbuk atau bentuk kompak yang telah disinter, karena hidroksiapatit yang telah disinter pada suhu tertentu akan mempunyai kekuatan mekanik yang lebih besar dan densitasnya lebih tinggi dibandingkan dengan hidroksiapatit yang tidak disinter. Hal ini terjadi karena selama sintering energi kinetik atom-atom dalam bahan menjadi meningkat, sehingga akan terjadi difusi antara atom-atom yang berdekatan dan terjadi pengikatan partikel bersama dan ruang kosong antarpartikel menjadi semakin kecil. Untuk mendapatkan hidroksiapatit dengan karakter-karakter yang diharapkan, serbuk hidroksiapatit dipanaskan sampai suhu 1400°C , karena secara umum fenomena termal dalam senyawa kalsium fosfat masih teramati sampai suhu 1400°C (Mulyaningsih, 2007).

Secara umum hidroksiapatit merupakan komponen utama senyawa anorganik pada jaringan keras hewan vertebrata yang berhubungan erat dengan kristal stabil kalsium fosfat. Struktur kristal HAP mempunyai bentuk heksagonal dengan parameter kisi $a = 9,42 \text{ \AA}$ dan $c = 6,88 \text{ \AA}$ (Soejoko dan Wahyuni, 2012). Seperti ditunjukkan pada gambar 2.2 berikut ini.



Gambar 2.2 Struktur kristal Hidroksiapatit (Leeuw, 2001).

Komposisi kimia hidroksiapatit $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ berupa kesatuan sel dari hidroksiapatit dalam tiga dimensi memiliki panjang 0,944 nm, lebar 0,944, tinggi 0,688 nm dengan bentuk keseluruhan berupa jajar genjang. Kesatuan sel hidroksiapatit terdiri dari dua dataran berbentuk jajar genjang di permukaan atas dan bawah. Tiga ion Ca^+ terletak ditengah pada masing-masing dataran, sedangkan delapan ion Ca^+ lainnya berada pada tepi dan bergabung dengan sel lain yang berdekatan. Dua ion PO_4^{3-} terletak ditengah dan merupakan inti dari unit sel, delapan ion PO_4^{3-} terletak ditepi dan bergabung dengan empat unit sel lainnya yang berdekatan. Delapan ion OH^- pada keempat dataran vertikal sel (Leeuw, 2001).

E. Silika

Silika adalah senyawa hasil polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan SiO_4 tetrahedral dengan formula umum SiO_2 . Sebagai senyawa silikon dioksida (SiO_2), yang dalam penggunaannya dapat berupa amorf dan kristal. Silika sering digunakan sebagai *dessicant*, adsorben, media filler dan komponen katalisator (Wickramasinghe and Rowell, 2005).

Pemanfaatan dan aplikasi silika juga sangat luas mulai bidang elektronik, mekanik, seni dan medis termasuk juga pada pembuatan biomaterial. Di alam senyawa silika ditemukan dalam beberapa bahan alam seperti pasir, kuarsa, gelas, dan sebagainya. Silika juga banyak ditemukan diberbagai macam tumbuhan seperti pelepah pisang dan sekam padi (Sulastri dan Kristianingrum, 2010).

Sekam padi merupakan salah satu sumber penghasil silika terbesar setelah dilakukan pembakaran sempurna. Abu sekam padi hasil pembakaran yang terkontrol pada suhu tinggi akan menghasilkan abu silika dengan 86%-97% berat kering (Olawale *et al.*, 2012). Sekam padi merupakan lapisan keras yang meliputi *kariopsis* yang terdiri dari dua belahan yang disebut *lemma* dan *palea*. Sel-sel sekam yang telah masak mengandung lignin dan silika dalam konsentrasi tinggi. Kandungan silika diperkirakan berada dalam lapisan luar (Adam *et al.*, 2013). Silika yang dihasilkan dari sekam padi memiliki beberapa kelebihan, dimana silika sekam padi memiliki butiran yang halus, lebih reaktif, dapat diperoleh dengan cara yang mudah dengan biaya yang murah serta didukung dengan ketersediaannya yang melimpah dan dapat diperbaharui (Agung dkk., 2013).

Karakteristik silika sekam padi yang diperoleh dengan metode ekstraksi mempunyai fasa amorf tanpa sintering dan awal perubahan struktur amorf ke kristal pada suhu sintering 750°C , dan dengan meningkatnya suhu sintering 1050°C mengakibatkan transformasi amorf membentuk fasa kristal *crystoballite* dan *trydimite*. Di samping itu, karakteristik termal silika sekam padi menunjukkan peningkatan stabilitas termal, dan pembentukan fasa *crystoballite*, *trydimite* meningkat seiring dengan naiknya suhu sintering, serta tingkat persentasi kemurnian silika meningkat dengan kenaikan suhu *sintering* sebesar 98,85% pada suhu *sintering* 1050°C . Proses pembakaran semua pengotor pada sekam padi akan berinteraksi dengan panas sehingga akan mengurangi komposisi pengotor yang ada (Saoza *et al.*, 2002). Silika amorf mempunyai kerapatan $2,21\text{ gr/cm}^3$. Menurut Nayak and Bera (2009), silika amorf akan berubah menjadi kristal pada suhu $900\text{-}1300^{\circ}\text{C}$. Penggunaan silika amorf diatas 10% akan membawa dampak

negatif yaitu dengan timbulnya reaksi alkali silika. Reaksi alkali silika merupakan reaksi antara kandungan silika aktif dalam bubuk silika dan alkali dalam semen. Reaksi ini membentuk suatu gel alkali-alkali yang menyelimuti butiran-butiran agregat. Gel tersebut dikelilingi oleh pasta semen dan akibatnya pemuaihan terjadilah tegangan internal, yang dapat mengakibatkan retak (Herlina, 2005).

Silika yang dicampurkan pada hidroksiapatit berfungsi sebagai pengisi ruang kosong yang ada didalam hidroksiapatit, sehingga dapat meningkatkan nilai mekanisnya. Beberapa penelitian pemanfaatan silika serupa juga pernah dilakukan oleh Ruseska (2006), pada penelitiannya dikatakan bahwa penggunaan silika terbaik pada komposit hidroksiapatit berada pada 10% berat total. Lapisan Si-HA pada titanium yang bioaktif dan dapat digunakan dalam ortopedi dan aplikasi gigi, hal ini di sebabkan karena penggabungan silikon dalam apatit meningkatkan laju disolusi bahan yang bisa mendukung aktivitas selular dan proses perbaikan tulang (Palard *et al.*, 2009).

F. Karakterisasi Material Biokeramik

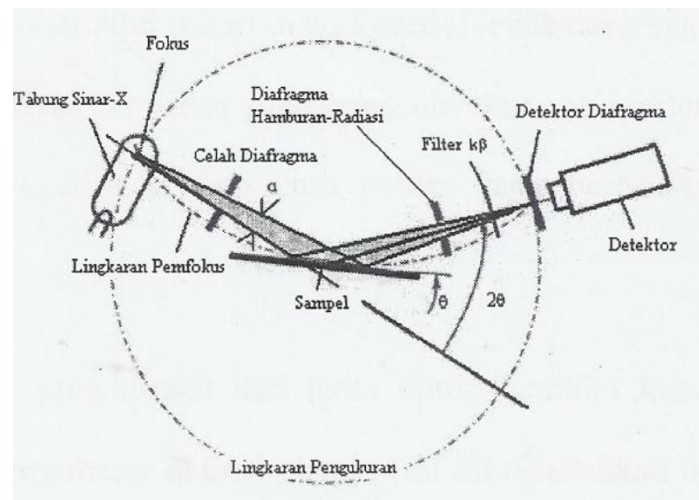
Karakterisasi material komposit biokeramik hidroksiapatit 10% berat silika pada percobaan ini diantaranya yaitu karakterisasi XRD, SEM dan FTIR

1. X-Ray Diffraction (XRD)

Identifikasi struktur kristal sempel dilakukan dnegan menggunakan difraksi sinar-X atau yang disebut dengan XRD (*X-Ray Diffraction*). Panjang gelombang yang dimiliki oleh difraksi sinar-X yaitu $0,1\text{\AA}$ sampai 100\AA . Alat ini juga digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam

analisis kualitatif dan kuantitatif material. Penggunaan XRD untuk membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf, mengukur macam-macam keacakan dan penyimpangan kristal, karakterisasi material kristal, dan identifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat. Penentuan dimensi-dimensi sel satuan. Sedangkan aplikasi XRD diantaranya yaitu menentukan struktur kristal dengan menggunakan *rietveld refinement*, menganalisis kuantitatif dari mineral, dan karakteristik sampel film. Kelebihan penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek. Sedangkan kekurangannya adalah untuk objek berupa kristal tunggal sangat sulit mendapatkan senyawa dalam bentuk kristalnya. Sedangkan untuk objek berupa bubuk (powder) sulit untuk menentukan strukturnya.

Prinsip kerja alat XRD adalah penembakan elektron berenergi tinggi (anoda) atau berkas elektron (*elektron beam*) yang berasal dari tabung sinar-X. Tabung sinar-X terdiri dari tabung gelas yang telah di vakumkan dan filamen yang dipanaskan menghasilkan elektron-elektron yang kemudian ditembakkan ke logam target (katoda), sehingga elektron yang bertumbukan dengan logam akan menghasilkan radiasi yang keluar melalui jendela tipis *beryllium* dan membentuk sudut θ . Lapisan *beryllium* ini disebut juga dengan slit. Slit berfungsi membuat spektrum sinar-X sejajar dan mengenai sampel. Berkas yang keluar dari *beryllium* disebut dengan sinar-X. Sesuai dengan hukum Bragg ketika sinar-X diposisikan sedemikian rupa dan mengenai sampel, maka atom sampel akan mendifraksikan sinar-X dan seterusnya ditangkap oleh detektor (Connolly, 2007). Berikut adalah gambar prinsip kerja alat XRD.

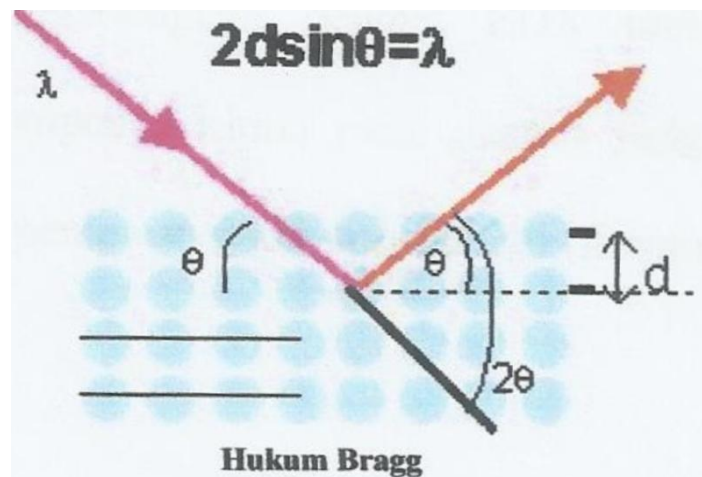


Gambar 2.3 Skema alat difraksi sinar-X (Connolly, 2007).

Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta ; n = 1, 2, \dots \quad (1)$$

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standard*). Berikut adalah ilustrasi hukum Bragg.



Gambar 2.4 Ilustrasi hukum Bragg (Lee, 1992).

Metode analisis difraksi sinar-X dikenal dengan sebutan *X-Ray Diffraction* (XRD) ini digunakan untuk mengetahui fasa kristalin meliputi transformasi struktur fasa, ukuran partikel bahan seperti keramik, komposit, polimer dan lain-lain. Difraksi sinar-X dalam analisis padatan kristalin memegang peranan penting untuk meneliti parameter kisi dan tipe struktur, selain itu dimanfaatkan untuk mempelajari cacat pada kristal individu dengan mendeteksi perbedaan intensitas difraksi di daerah kristal dekat dislokasi dan daerah kristal yang mendekati kesempurnaan (Cullity, 1978).

Jika jalan sinar yang terdifraksi oleh kisi kristal tersebut memenuhi hukum Bragg pada persamaan (1), maka akan terbentuk puncak pada pola difraksi. Untuk menentukan besarnya parameter kisi kristal HA yang telah diketahui memiliki sistem kristal heksagonal, yakni dengan menggunakan persamaan (Zhang *et al.*, 2013).

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

Berdasarkan pengukuran yang telah dilakukan, diketahui bahwa parameter kisi kristal HA adalah $a = 9.423 \text{ \AA}$ dan $c = 6.875 \text{ \AA}$ (Pramanik and Chakraborty, 2012).

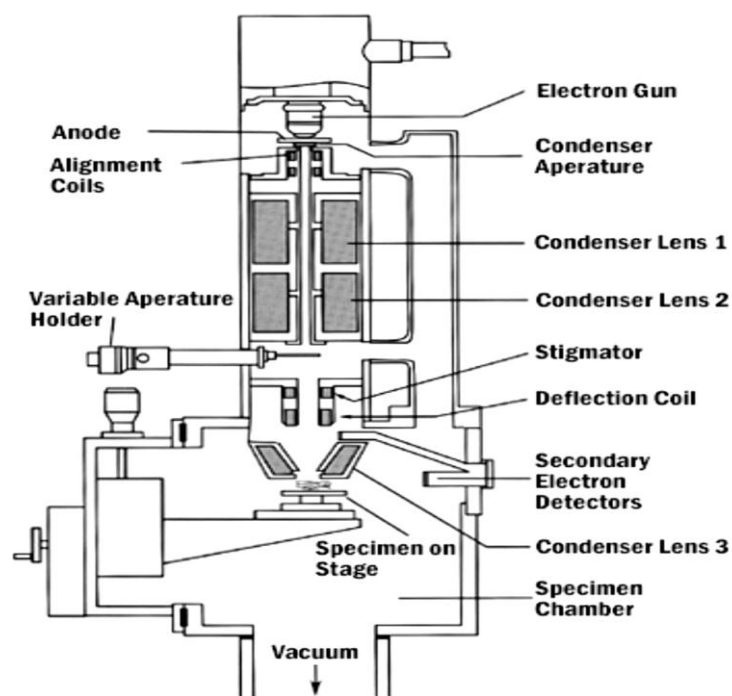
2. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah sebuah mikroskop yang menggunakan cahaya untuk membentuk sebuah gambar. Dibandingkan dengan mikroskop optik SEM memiliki resolusi dan kedalaman fokus yang sangat tinggi. Alat ini digunakan untuk mengamati morfologi dari suatu bahan. SEM adalah mikroskop elektron yang mempunyai resolusi hingga 50 nm atau magnifikasi 8.000-400.000 x (Cristiane *et al.*, 2006).

Prinsipnya adalah sifat gelombang dari elektron yakni difraksi pada sudut yang sangat kecil. Elektron dapat dihamburkan oleh sampel yang bermuatan (karena sifat listriknya), karena itu HA yang akan diuji pertama harus dilapisi (*coating*) dengan emas karena HA tidak bersifat konduktif sehingga harus dilapisi dengan bahan konduktor yang baik seperti emas. Gambar yang terbentuk menunjukkan struktur dari sampel yang diuji (Voutou and Chrysanthi, 2008).

Prinsip kerja SEM yaitu sebuah filamen yang terdiri dari kutub katoda sebagai penghasil elektron dan sumber tegangan negatif pada anoda, dialiri arus dari sumber elektron sehingga pada filamen terjadi beda potensial sehingga akan menghasilkan berkas elektron. Selanjutnya berkas elektron menuju ke anoda setelah melawati celah pelindung. Sebelum mencapai permukaan sampel berkas elektron melalui lensa magnetik agar berkas elektron tersebut terfokus menuju permukaan sampel. Berkas elektron dipermukaan sampel dideteksi oleh

backscattered electron dan *secondary electron* kemudian elektron diubah menjadi sinyal-sinyal listrik dan diperkuat oleh amplifier yang diteruskan ke tabung sinar katoda. Detektor mengumpulkan elektron yang dipancarkan dan mengubahnya menjadi sebuah sinyal yang dikirim ke sebuah layar monitor dan menghasilkan sebuah gambar. Berikut adalah gambar skematik cara kerja Scanning Electron Microscopy.



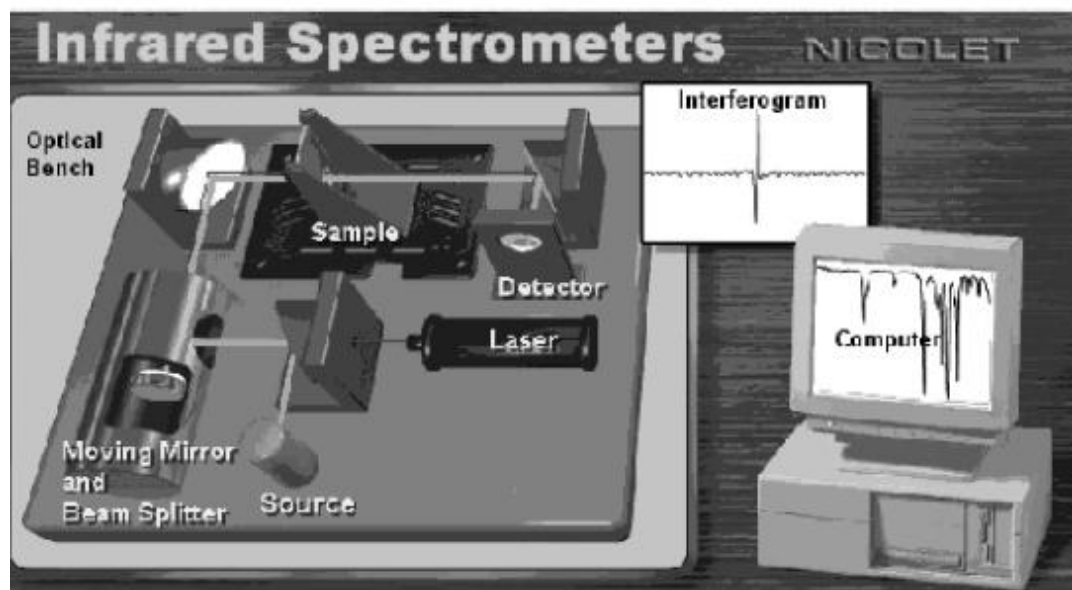
Gambar 2.5 Sekema alat dan prinsip kerja SEM (Redetik, 2011).

3. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra Red (FTIR) adalah suatu metode analisis yang dipakai untuk karakterisasi bahan polimer dan analisis gugus fungsi. Dengan cara menentukan dan merekam hasil spektra residu dengan serapan energi oleh molekul organik dalam sinar infra merah. Dengan infra merah didefinisikan sebagai daerah yang memiliki panjang gelombang dari $1 - 500 \text{ cm}^{-1}$. Setiap gugus

dalam molekul umumnya mempunyai karakteristik sendiri sehingga spektroskopi FTIR dapat digunakan untuk mendeteksi gugus yang spesifik pada polimer. Intensitas pita serapan merupakan ukuran konsentrasi gugus yang khas yang dimiliki oleh polimer. Metode ini didasarkan pada interaksi antara radiasi infra merah dengan materi (interaksi atom atau molekul dengan radiasi elektromagnetik). Interaksi ini berupa absorpsi pada frekuensi atau panjang gelombang tertentu yang berhubungan dengan energi transisi antara berbagai keadaan energi vibrasi, rotasi dan molekul. Radiasi infra merah yang penting dalam penentuan struktur atau analisis gugus fungsi terletak pada 650 cm^{-1} – 4000 cm^{-1} (Pudjiastuti, 2012).

Pada dasarnya Spektrofotometri FTIR adalah sama dengan Spektrofotometri IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optik sebelum berkas sinar infra merah melewati sampel. Beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel dan sebagian dilewatkan (ditransmisikan). Spektrum yang dihasilkan merupakan penyerapan dan transmisi molekul, menciptakan bekas molekul dari sampel. Seperti sidik jari tidak ada dua struktur molekul khas yang menghasilkan spektrum infra merah sama. Teknik pengoperasian FTIR berbeda dengan spektrofotometer infra merah. Pada FTIR digunakan suatu interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator yang terletak di depan monokromator. Interferometer ini akan memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram (Bassler, 1986). Spektroskopi FTIR digunakan untuk mendeteksi sinyal lemah menganalisis sampel dengan konsentrasi rendah analisis getaran (Baravkar and Kale, 2011). Berikut adalah gambar prinsip kerja FTIR.



Gambar 2.6 Prinsip kerja FTIR (Stuart, 2004).

Ada 5 bagian utama FTIR yaitu, sumber sinar yang terbuat dari filamen nert atau gelobar yang dipanaskan menggunakan listrik hingga temperatur $1000 - 1800^{\circ}\text{C}$, *beam splitter*, berupa material transparan dengan indeks relatif, sehingga menghasilkan 50% radiasi akan direfleksikan dan 50% radiasi akan diteruskan. Interferometer, merupakan bagian utama dari FTIR yang berfungsi untuk membentuk interferogram yang akan diteruskan menuju detektor. Daerah cuplikan, dimana berkas acuan dan cuplikan masuk kedalam daerah cuplikan dan masing-masing menembus sel acuan secara bersesuaian. Detektor, merupakan piranti yang mengukur energi pancaran yang lewat akibat panas yang dihasilkan. Detektor yang sering digunakan adalah termokopel dan balometer.

Mekanisme yang terjadi pada alat FTIR dapat dijelaskan sebagai berikut sinar yang datang dari sumber sinar akan diteruskan, dan kemudian akan dipecahkan oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Sinar ini kemudian dipantulkan oleh dua cermin yaitu cermin diam dan cermin bergerak.

Sinar hasil pantulan kedua cermin akan dipantulkan kembali menuju pemecahan sinar untuk saling berinteraksi. Dari pemecahan sinar, sebagian sinar akan diarahkan menuju cuplikan dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan menyebabkan sinar yang sampai ke detektor akan berfluktuasi. Sinar akan saling menguatkan ketika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor, dan akan saling melemahkan jika kedua cermin memiliki jarak yang berbeda. Fluktuasi sinar yang sampai pada detektor ini akan menghasilkan sinyal pada detektor yang disebut interferogram. Interferogram ini akan diubah menjadi spektra IR dengan bantuan komputer berdasarkan operasi matematika (Stuart, 2004).