

BAB IV

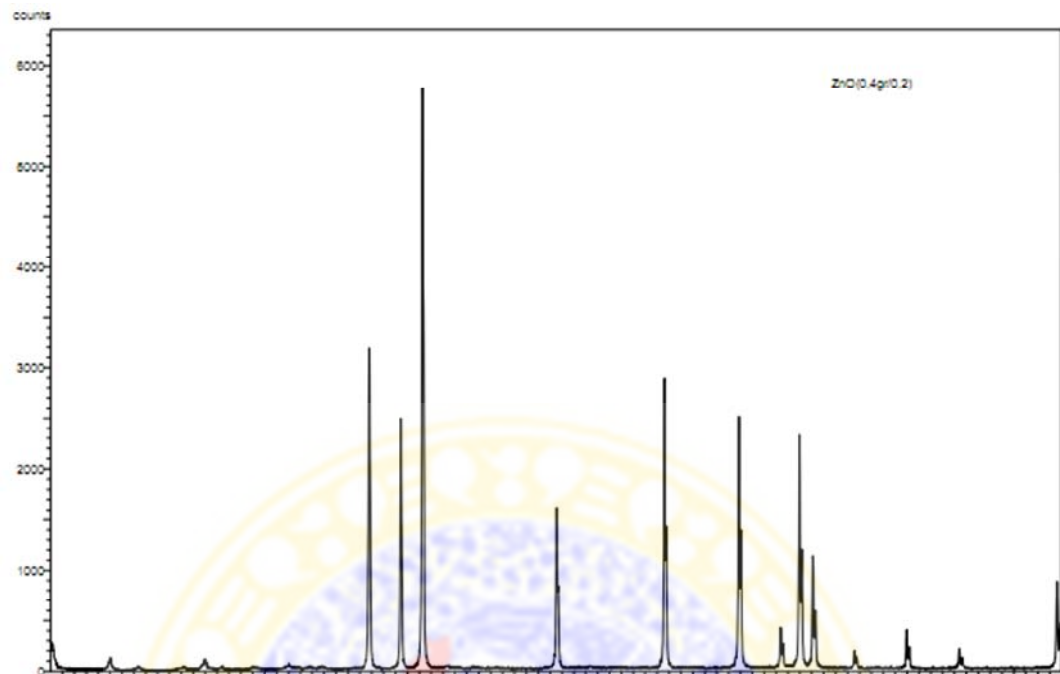
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan analisis struktur kristal semen gigi seng oksida eugenol untuk mengetahui keterkaitan sifat mekanik dengan struktur kristalnya. Ada lima sampel semen gigi *zinc oxide eugenol* yang berbahan dasar nanopartikel *zinc oxide* yang menjadi bahan penelitian dengan variasi massa nano seng oksida, langkah penelitian ini dimulai dengan uji XRD, lalu proses *search match* untuk mengidentifikasi fase. Selanjutnya adalah analisis struktur kristal dengan cara *refinement* yaitu pencocokan data terukur (XRD) dengan data terhitung (ICSD) menggunakan program Rietica. Hasil analisis digunakan untuk menjelaskan pengaruh penambahan nanopartikel *zinc oxide* terhadap sifat mekanis dan fisis dari semen gigi *zinc oxide eugenol*.

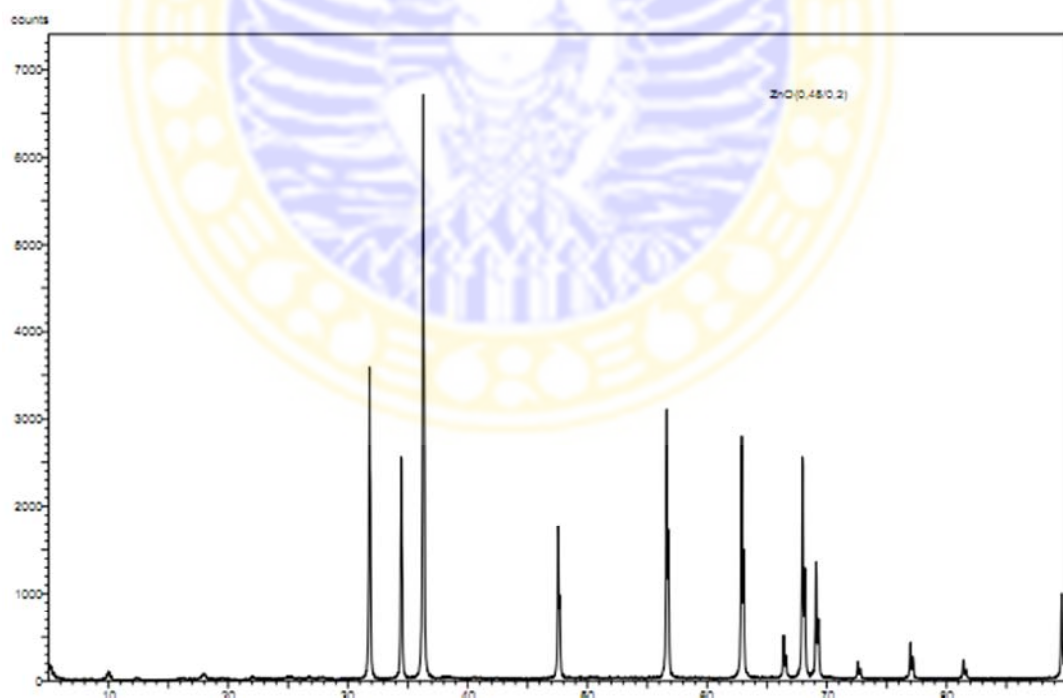
4.1 Hasil Penelitian

4.1.1 Hasil XRD

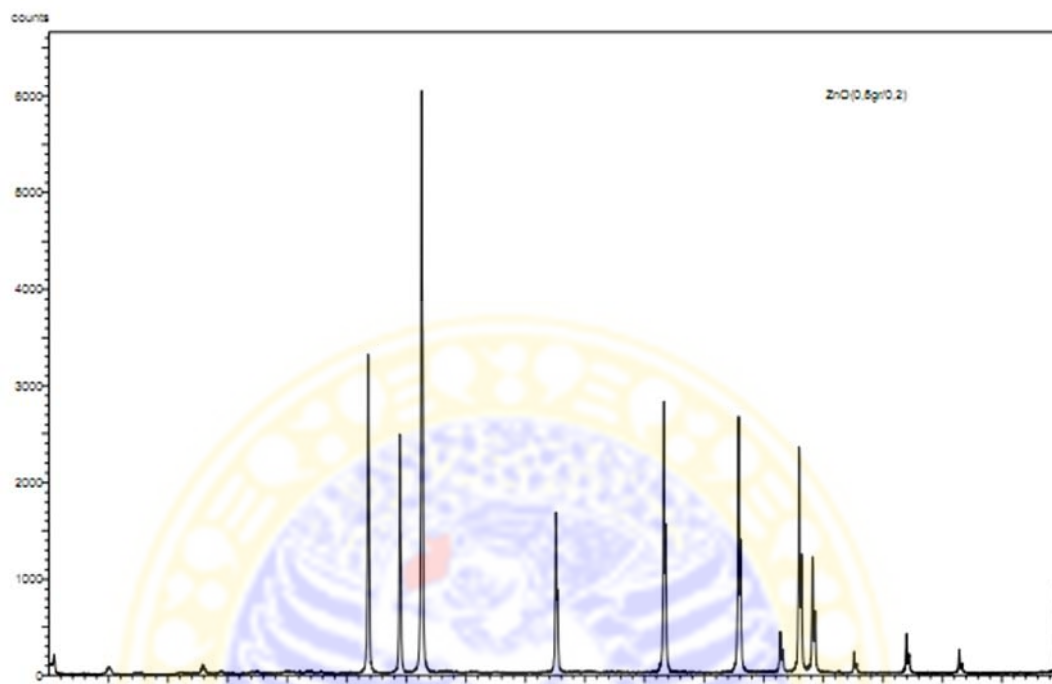
Karakterisasi XRD dilakukan pada kelima sampel semen gigi *zinc oxide eugenol*. Data keluaran dari XRD merupakan spektrum antara intensitas dengan 2θ . Hasilnya dapat dilihat pada gambar 4.1. (a),(b),(c),(d), dan (e) dibawah ini



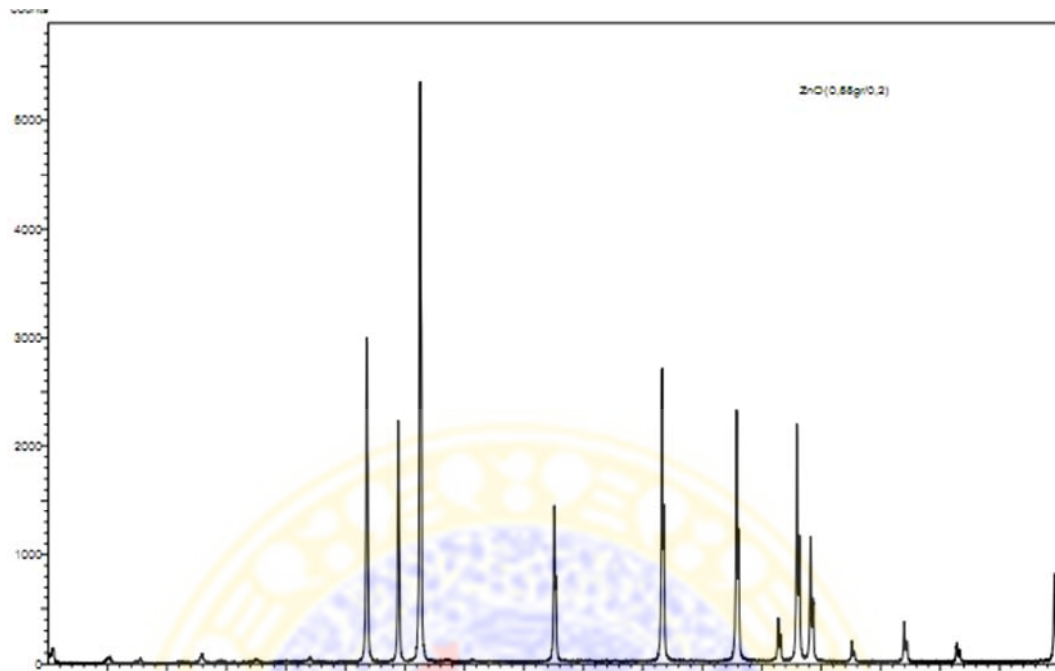
Gambar 4.1.(a) Grafik hasil XRD pada sampel bermassa zinc oxide 0.4 g



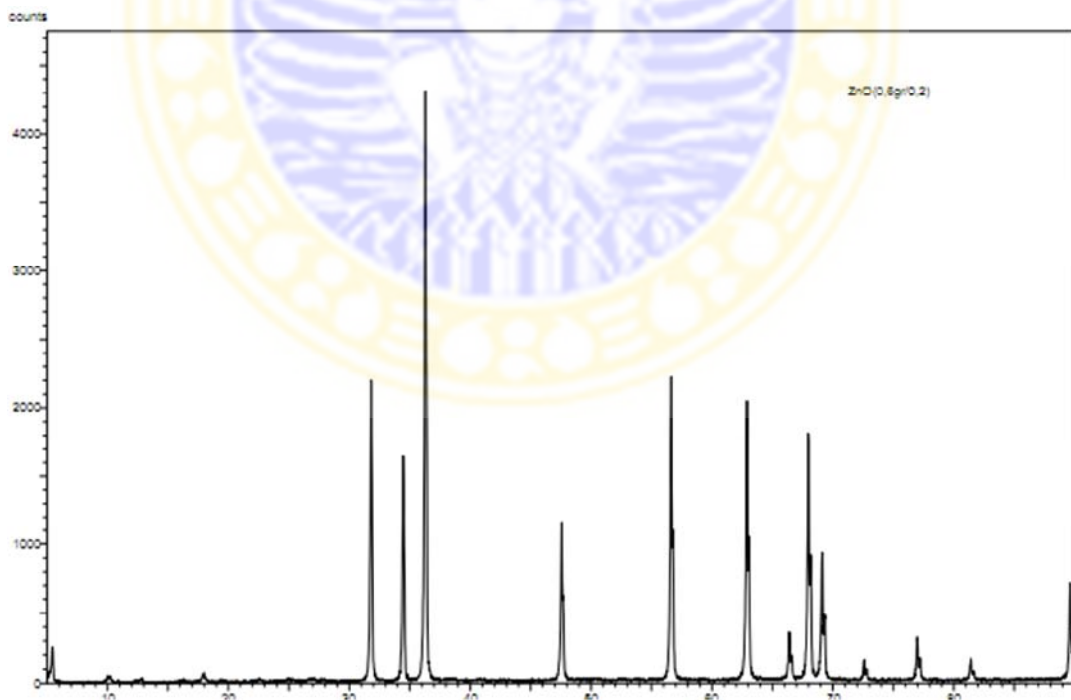
Gambar 4.1.(b) Grafik hasil XRD pada sampel bermassa zinc oxide 0.45 g



Gambar 4.1.(c) Grafik hasil XRD pada sampel bermassa zinc oxide 0.5 g



Gambar 4.1.(d) Grafik hasil XRD pada sampel bermassa zinc oxide 0.55g

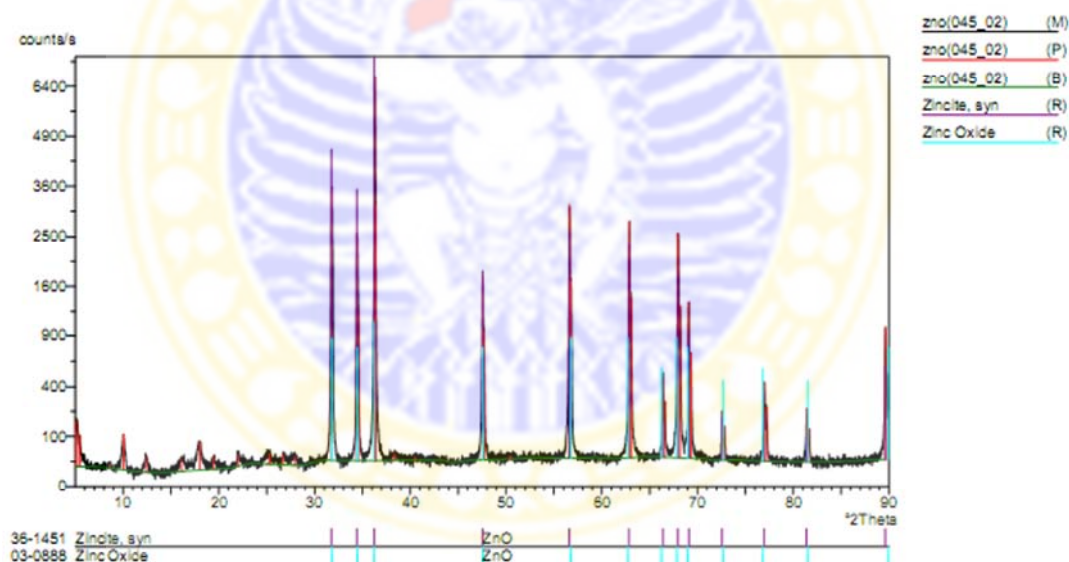


Gambar 4.1.(e) Grafik hasil XRD pada sampel bermassa zinc oxide 0.6 g

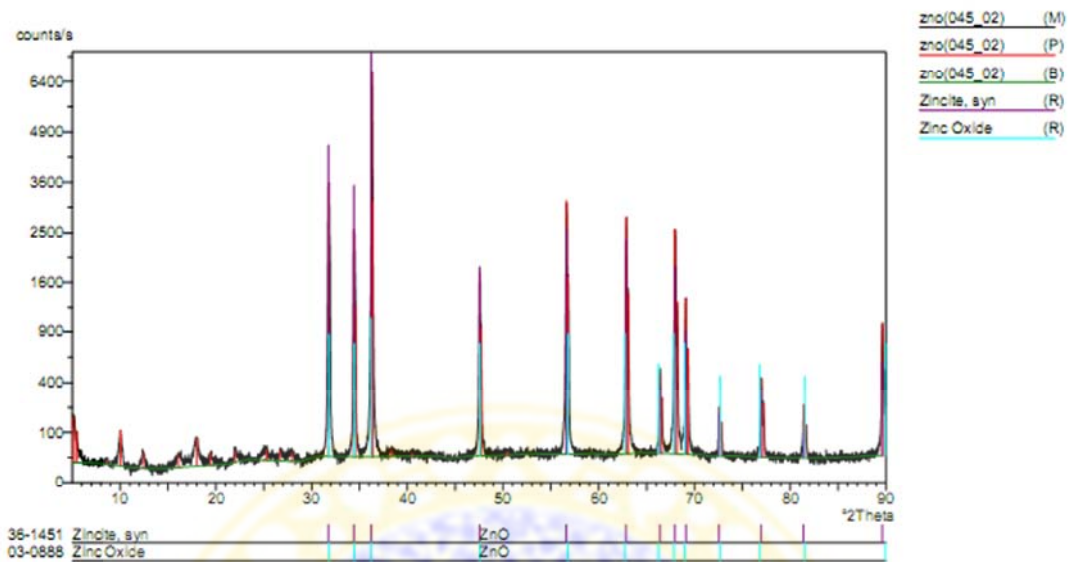
Setelah mendapat data spectrum hasil uji XRD, dapat kita ketahui bahwa komposisi dari bahan semen gigi *zinc oxide eugenol* adalah murni zinc oxide (ZnO). Terlihat pada spektrum yang terdapat pada grafik, yang memiliki nilai intensitas yang tinggi.

4.1.2 Hasil Search Match

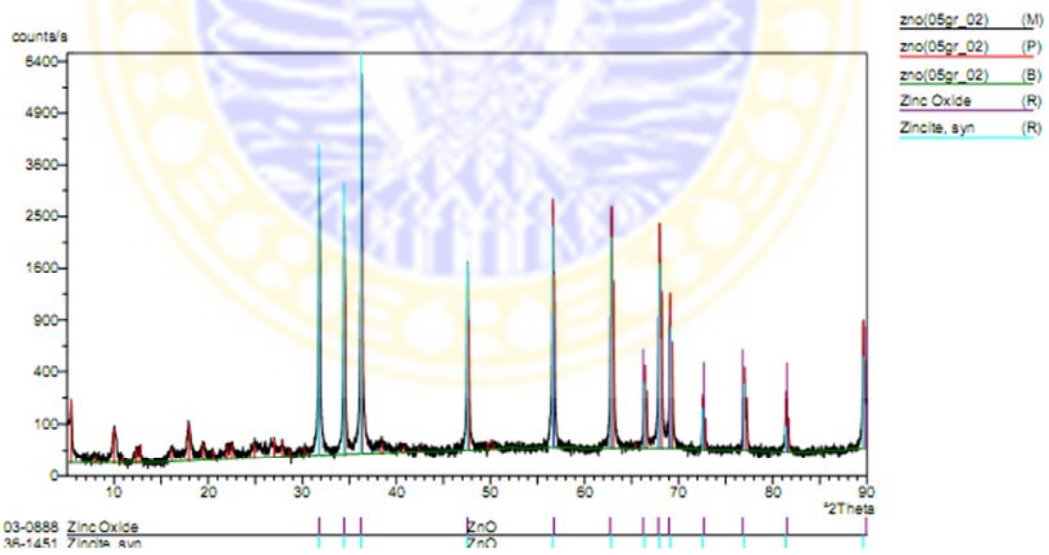
Selanjutnya menentukan fase dari grafik pola difraksi dengan *search match* dengan menggunakan *software X'Pert Graphics and Identify (Philip X'Pert)*. Identifikasi fase hasil *search match* dapat dilihat pada gambar 4.2.(a),(b),(c),(d), dan (e) pada gambar dibawah ini



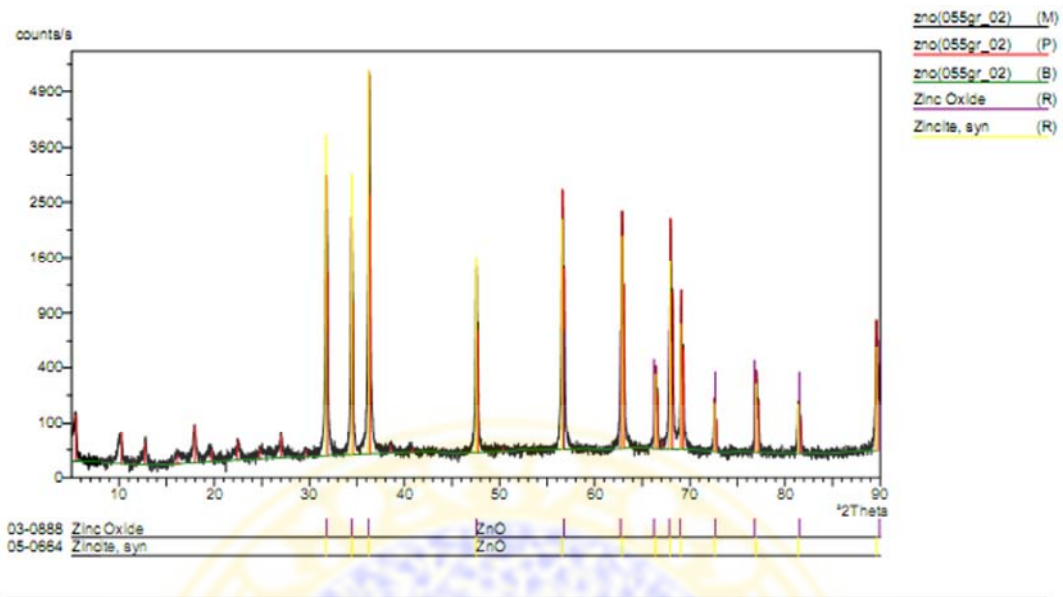
Gambar 4.2.(a) Hasil *search match* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.4 g



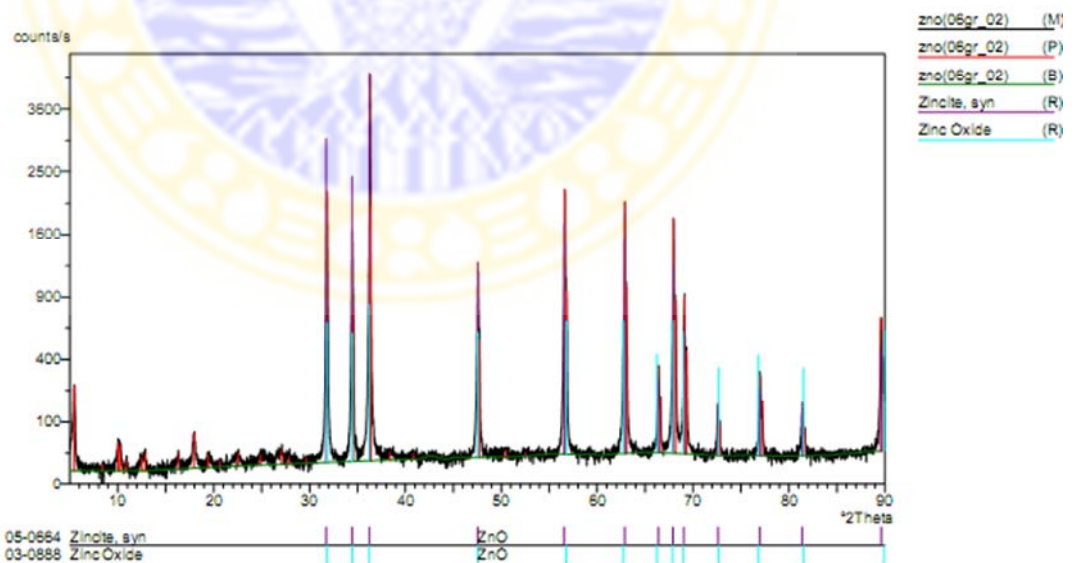
Gambar 4.2.(b) Hasil *search match* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.45 g



Gambar 4.2.(c) Hasil *search match* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.5 g



Gambar 4.2.(d) Hasil *search match* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.55 g



Gambar 4.2.(e) Hasil *search match* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.6 g

Berdasarkan hasil *search match*, dapat teridentifikasi bahwa adanya fase yang mendominasi yaitu seng oksida (ZnO). Perhitungan presentase fase yang mendominasi semn gigi ini dapat dilihat pada persamaan

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}} \quad (4.1)$$

Perhitungan fraksi volum dapat dilihat di lampiran II dan hasil perhitungan ditampilkan pada Tabel 4.1 di bawah ini:

Tabel 4.1 Tabel fraksi volume

Sampel	Fraksi volume seng oksida (ZnO)
A	72,556%
B	75,8965%
C	79,7891%
D	80,0821%
E	83,47308%

Hasil *search match* pada masing-masing sampel mengidentifikasi puncak-puncak difraksi yang didominasi oleh fase semen gigi *zinc oxide* dan *zincite synthetis*. Hasil *search match* merupakan acuan dalam penentuan data ICSD yang akan digunakan dalam proses penghalusan (*refinement*) pada *software* Rietica.

Data ICSD dipilih berdasarkan fase dominan yang menempati puncak-puncak difraksi. Karena banyaknya ketersediaan ICSD dari ZnO maka harus dicoba terlebih dahulu satu persatu. ICSD nomor koleksi 29272 diambil karena yang paling cocok, adapun data nya sebagai berikut:

```

COL ICSD Collection Code 29272
DATE Recorded Jan 1, 1980
NAME Zinc oxide
FORM Zn O
  | = O Zn
TITL The Wurtzite Z Parameter for Beryllium Oxide and Zinc Oxide
REF ACBCA 25 (1969) 2254-2256
AUT Sabine T M, HoggýS
CELL a=3.243 b=3.243 c=5.195 à=90.0 á=90.0 ç=120.0
  | V=47.3 Z=2
SGR P 63 m c (186) - hexagonal
CLAS 6mm (Hermann-Mauguin) - C6v (Schoenflies)
PRS hP4
ANX AX
PARM Atom__No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z----- -SOF-
  | Zn 1 2.000 2b 1/3 2/3 0.
  | O 1 -2.000 2b 1/3 2/3 0.3826(7)
WYCK b2
ITF Zn 1 B=0.31
ITF O 1 B=0.55
REM NDS (neutron diffraction from a single crystal)
RVAL 0.047

```

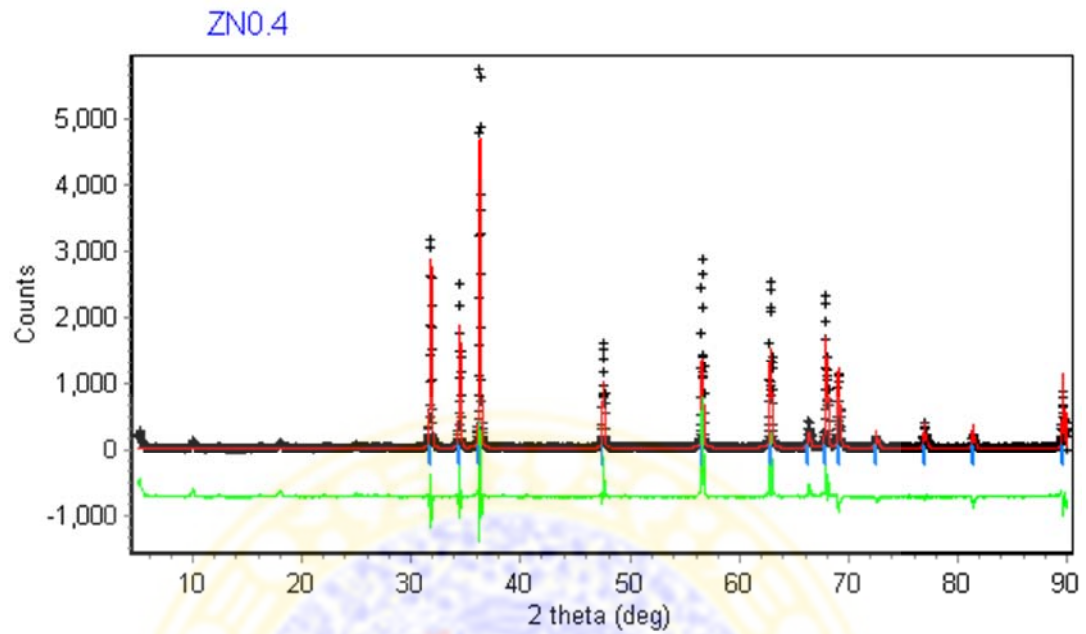
Gambar 4.3 ICSD nomor koleksi 29272

Data ICSD menunjukkan data difraksi yang sudah menjadi *data base* dengan informasi kristalografi didalamnya seperti : tanggal perekaman ICSD, nama senyawa, rumus senyawa, dan parameter struktur kristal, yaitu : konstanta kisi, volume sel, group ruang, nama-nama atom penyusun dan koordinat posisi atomnya.

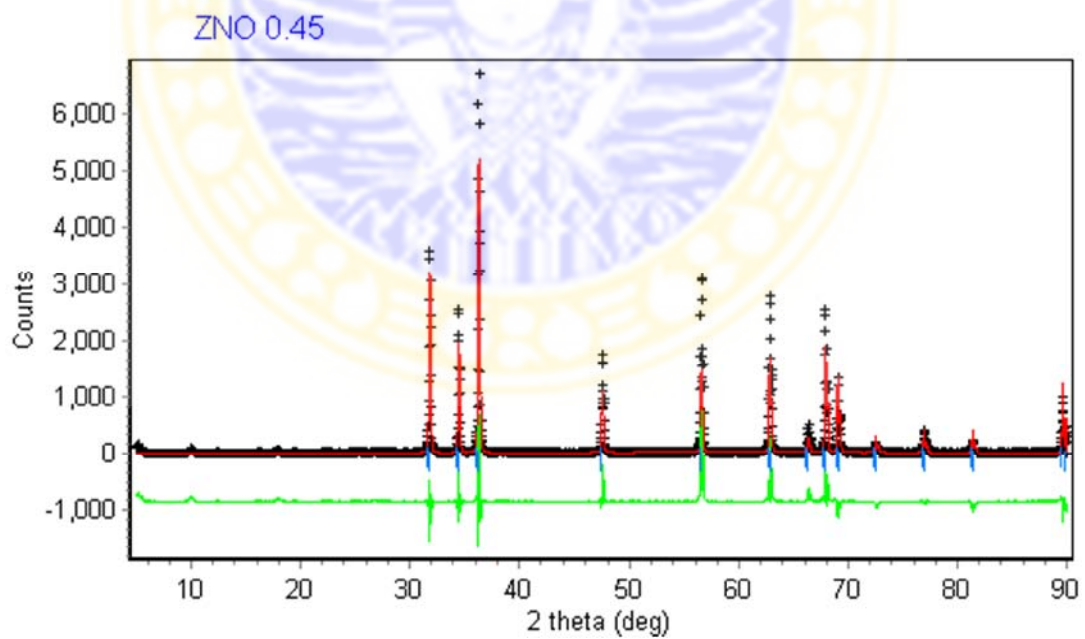
4.1.3 Hasil *Refinement* Rietveld dengan Menggunakan *Software Rietica*

Proses *refinement* adalah *fitting* (pencocokan) pola difraksi data terhitung dan pola difraksi data terukur dengan data dari ICSD. Informasi keluaran (*Output Information*) berisi antara lain indeks kecocokan (*Figure of Merit*) dari pola difraksi terhitung (garis 'merah terhubung') dengan pola difraksi terukur (garis '+') yang ditunjukkan dengan χ^2 , R_{wp} , R_p , dan R_{exp} .

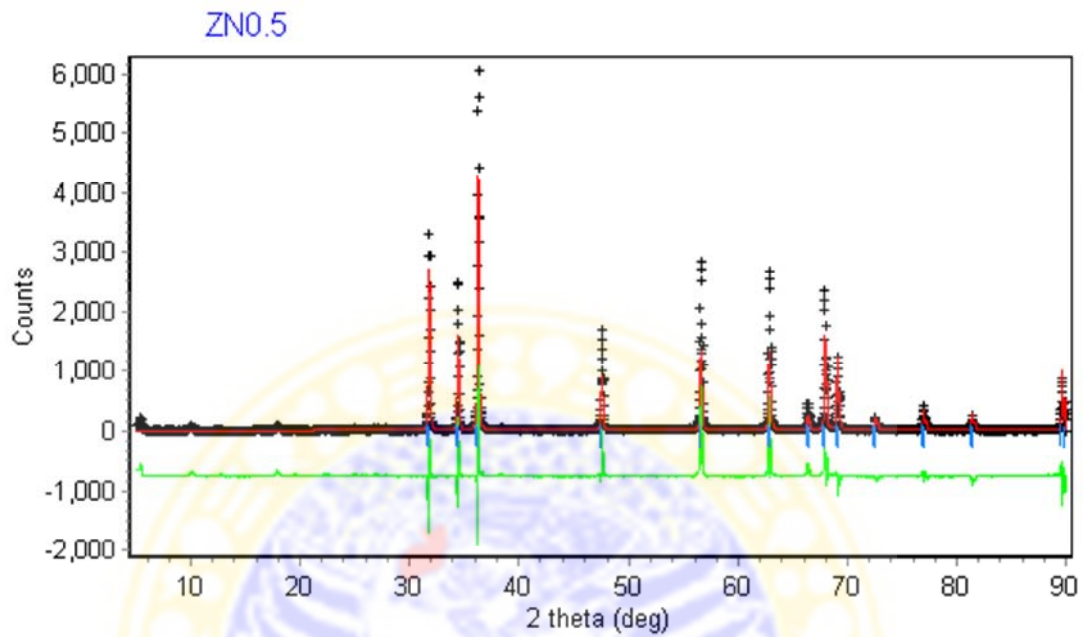
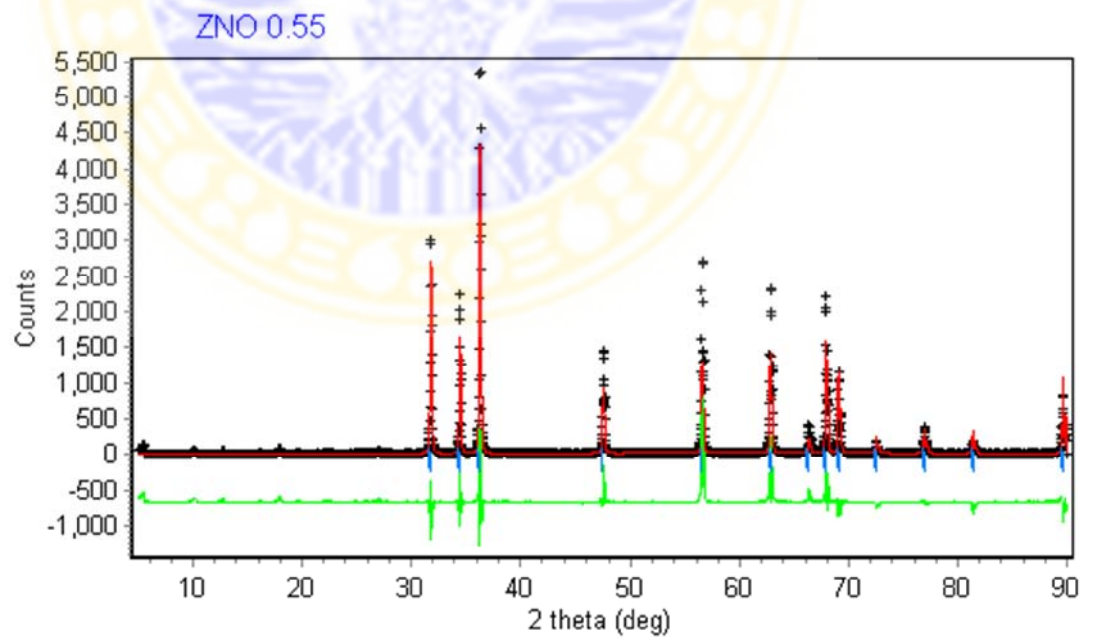
Grafik keluaran (*output*) dari proses penghalusan (*refinement*) dapat dilihat pada gambar dibawah ini

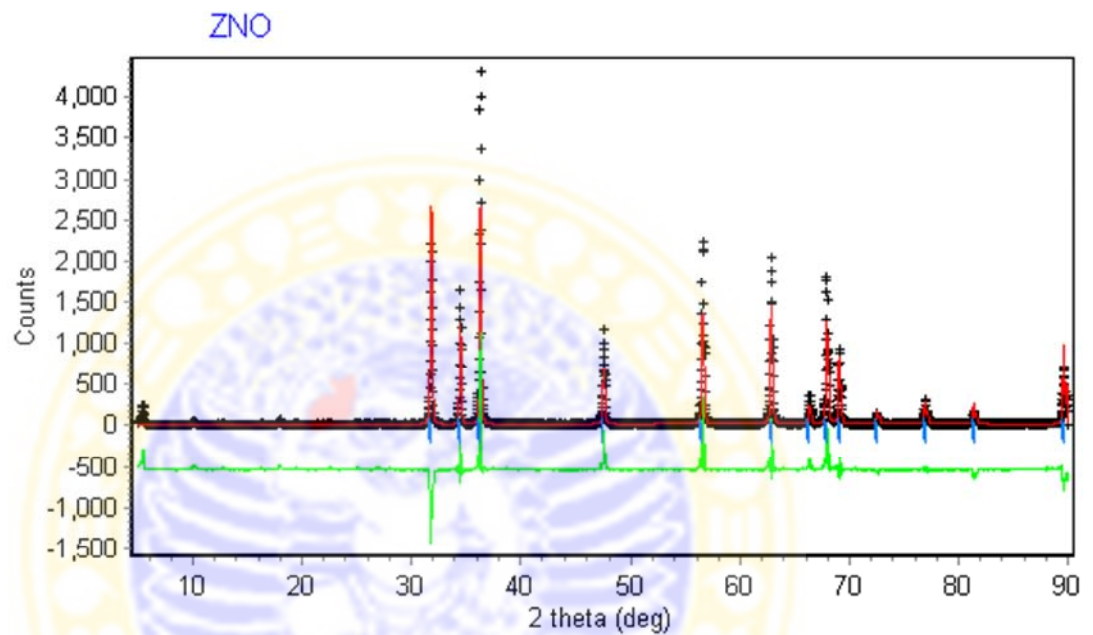


Gambar 4.3.(a) Hasil *refinement* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.4 g



Gambar 4.3.(b) Hasil *refinement* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.45 g

Gambar 4.3.(c) Hasil *refinement* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.5 gGambar 4.3.(d) Hasil *refinement* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.55 g



Gambar 4.3.(e) Hasil *refinement* Sampel bermassa *zinc oxide* 0.6 g

Pola difraksi terhitung ditunjukkan oleh garis berwarna merah yang berasal dari data ICSD. Pola difraksi terukur ditunjukkan oleh garis berwarna hitam putus-putus adalah data hasil difraksi sinar-X (XRD). Sedangkan garis berwarna biru menunjukkan posisi puncak-puncak yang cocok. Inilah yang akan berpengaruh pada indeks kecocokan hasil refinemen (χ^2 , R_{wp} , R_p dan R_{exp}). Hasil lain dari refinemen Rietica adalah informasi keluaran (*output of information*) yang berisi informasi parameter struktur kristal. Tabel 4.2 adalah parameter-parameter hasil refinemen yang merupakan parameter struktur kristal baru.

Tabel 4.2 Tabel parameter struktur kristal baru hasil refinemen

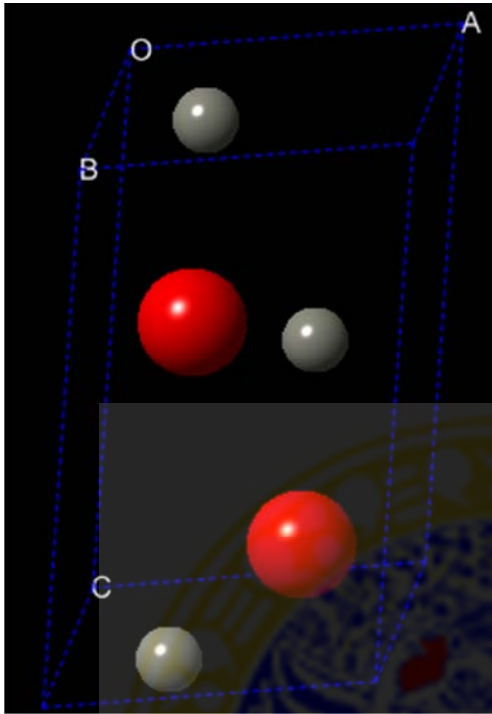
Parameter	ICSD	Sampel				
		A	B	C	D	E
χ^2		8,127	8,122	7,949	7,180	6,657
R_{wp}		30,67	30,16	30,78	30,97	31,07
R_p		23,45	23,56	24,09	24,10	24,22
R_{exp}		10,76	10,58	10,92	11,56	12,12
Konstanta kisi						
a	3,243	3,248763	3,248494	3,248441	3,248719	3,248831
b	3,243	3,248763	3,248494	3,248441	3,248719	3,248831
c	5,206	5,204786	5,204468	5,204452	5,204844	5,205029
Volum sel		47,574192	47,563190	47,561478	47,573215	47,578205
Berat molekul		64,001	64,001	64,001	64,001	64,001
Densitas		2,233	2,233	2,234	2,233	2,233
<i>Halfwidth parameter: U</i>		-0,006857	-0,007158	-0,007325	-0,006861	-0,001559

Tabel diatas menunjukkan bahwa adanya keterkaitan fraksi volum yang mengindikasikan banyaknya seng oksida di dalam semen gigi tersebut. Hal ini didukung dengan data indeks kecocokan hasil refinemen (χ^2 , R_{wp} , R_p dan R_{exp}). Jika merujuk pada nilai χ^2 yang dihasilkan didapatkan bahwa semakin banyak komposisi seng oksida yang terkandung pada setiap sampel, maka semakin bagus data tersebut.

Hal ini ditunjukkan dengan semakin kecilnya nilai x^2 yang mendekati nilai 4. Untuk mengetahui perubahan parameter struktur kristal seperti posisi atom penyusun dan juga konstanta kisi, maka akan digambarkan struktur kristal yang baru dengan menggunakan program *Crystal Maker*

4.1.4 Hasil Penggambaran Struktur Kristal

Setelah mengetahui parameter struktur kristal baru, maka selanjutnya akan menggambar nya melalui program *Crystal Maker*. Nilai masukkan (*input*) untuk masing-masing parameter kristal dimasukkan ke dalam program tersebut. Karena perubahan dari konstanta kisi yang tidak terlalu besar maka penggambaran struktur kristal baru juga tidak terlalu berubah. Hal ini dapat dilihat pada hasil penggambaran struktur kristal dari seng oksida (ZnO) sebagai berikut



Gambar 4.4 Gambar struktur kristal ZnO dengan menggunakan program *Crystal Maker*

Gambar struktur kristal ZnO dengan menggunakan program *Crystal Maker* berhasil ditunjukkan oleh gambar 4.4. Bulatan warna merah menunjukkan atom O (oksigen) dan warna biru menunjukkan atom Zn (seng).

4.2 Pembahasan

Pertama sampel diperlakukan dalam kadar yang berbeda-beda, pada sampel pertama bubuk (powder) seng oksida dalam bentuk nano ini terbentuk dari 0.4 gram seng oksida yang dilarutkan pada larutan eugenol untuk membentuk semen gigi seng oksida eugenol. Terdapat 5 sampel yang setiap sampelnya merupakan kelipatan 0.5 gram dari sampel I. Awal dari penelitian ini adalah mengkaji dari struktur mikro

terlebih dahulu yaitu dengan menguji kelima sampel tersebut menggunakan difraktometer sinar-X atau *X-ray diffraction* (XRD). Tujuan dari XRD ini adalah untuk mengetahui fase dan unsur penyusun semen gigi tersebut. Langkah selanjutnya adalah dengan melakukan proses *search match*, yaitu mengidentifikasi puncak-puncak difraksi yang sesuai antara penyusun bahan dengan kode yang tertera pada proses *search match*. Hasil yang didapatkan pada penelitian menunjukkan bahwa unsur-unsur penyusun dari semen gigi ini didominasi adalah *Zinc Oxide* (ZnO) dan *Zincite synthesis*. Selanjutnya dilakukan proses terakhir yaitu proses penghalusan (refinemen) yang merupakan pencocokan data hasil difraksi sinar-X (XRD) dengan data ICSD. Pemilihan file ICSD harus tepat karena informasi yang ada di dalamnya berisikan data dasar tentang struktur kristal dari *Zinc Oxide*. File ICSD dengan kode 29272 dipilih karena mempunyai kelebihan antara lain adalah informasi-informasi yang terkait dengan struktur kristal mendekati teori yang telah ada. Setelah melalui proses refinemen, kita akan mengetahui parameter kristal yang menjadi tujuan pada penelitian ini.

Jika proses diatas sudah mampu dijalani, maka akan didapatkan hasil indeks kecocokan pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur. Parameter yang mewakili dari indeks kecocokan yaitu parameter χ^2 atau *Goodness of Fit* (GOF), nilainya sebagai berikut untuk sampel I : 8,127, II : 8,122, III : 7,949, IV : 7,180, V : 6,657. Nilai χ^2 tidak ada yang memiliki nilai dibawah 4.

Proses analisis yang telah dilakukan, nilai χ^2 atau *Goodness of Fit* (GOF) yang dihasilkan termasuk nilai yang baik atau data yang kita peroleh termasuk data yang akurat. Hal ini disebabkan fase dari ZnO merupakan fase dominan dari semen gigi

seng oksida. Jadi semakin banyak kadar seng oksida yang dilarutkan, maka semakin bagus nilai χ^2 nya. Hasil refinemen Rietica menunjukkan bahwa sampel membentuk sel satuan *heksagonal* dengan perbandingan konstanta kisi (*lattice constant*) sebagai berikut untuk sampel I: a =3,248763, b =3,248763, c =5,204786; sampel II: a =3,248494, b =3,248494, c =5,204468; sampel III: a =3,248441, b =3,24844, c =5,204452; sampel IV: a =3,248719, b =3,248719, c =5,204844; sampel V: a =3,248831, b =3,248831, c =5,205029. Terlihat pada sampel V nilai konstanta kisi kristal mendekati konstanta kisi dari data ICSD dan nilai χ^2 atau *Goodness of Fit* (GOF) juga paling mendekati 4. Maka semakin banyak partikel seng oksida (ZnO) maka semakin bagus data yang kita peroleh.

Hasil refinemen untuk volume sel memberikan hasil sebagai berikut : sampel I : 47,574192; sampel II : 47,563190; sampel III : 47,561478; sampel IV : 47,573215; dan sampel V : 47,578205. Hal ini menyatakan bahwa semakin banyak serbuk (powder) seng oksida (ZnO) nano partikel yang dilarutkan pada larutan eugenol maka akan semakin besar pula nilai volume sel nya, seperti pada sampel V yaitu 0.6 gram seng oksida nano partikel. Hasil untuk densitas dari masing-masing sampel adalah sebesar : sampel I : 2,233; sampel II : 2,233; sampel III : 2,334; sampel IV : 2,233; dan sampel V: 2,233. Hasil refine untuk nilai parameter U (*halfwidth parameters*) untuk regangan kristal dari masing-masing sampel memberikan hasil sebagai berikut : sampel I : -0,006857; sampel II : -0,007158; sampel III : -0,007325 ;sampel IV : -0,006861; sampel V : -0,001559. Nilai yang memenuhi untuk regangan kristal adalah 0,01 (Suminar, 2004). Hasil-hasil analisis di

atas memberikan kesimpulan bahwa semakin banyak kadar nanopartikel ZnO dalam semen gigi seng oksida eugenol akan meningkatkan fraksi volume sehingga meningkatkan nilai indeks kecocokan dari analisis pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur yang ditunjukkan dengan parameter R_p , R_{WP} , R_{exp} , dan x^2 yang bernilai semakin baik. Hal ini didukung dengan data makroskopik, yaitu penambahan nano partikel *zinc oxide* akan mampu meningkatkan sifat mekanis dari semen gigi *zinc oxide eugenol*.

Nanopartikel diyakini mampu meningkatkan sifat mekanik dari semen gigi, yang ditunjukkan oleh grafik hubungan antara uji kekerasan dengan kadar seng oksida yang semakin meningkat. Meski pada grafik nilainya semakin meningkat tetapi hasil makroskopik yang meliputi uji kekerasan dan uji tekan berbeda dari nilai literatur yaitu sebesar 2-14 GPa. Hal ini disebabkan oleh pembentukkan struktur kristal yang mungkin untuk semen gigi *zinc oxide eugenol* ini adalah struktur kristal *wurtzite*. Struktur ini memiliki faktor tumbukan antar penyusun atomnya sebesar 68%. Nilai ini lebih kecil daripada nilai yang dimiliki oleh struktur heksagonal dengan factor tumbukan antar penyusun atomnya yaitu 76%. Oleh karena itu bahan yang berstruktur heksagonal lebih kuat daripada bahan yang berstruktur *wurtzite*.