

PENYEDIAAN SERBUK HIDROKSIAPATIT MELALUI  
KAEDAH PEMENDAKAN

MOHD IRWAN SHAH BIN MOHD RABU

UNIVERSITI TEKNIKAL MALAYSIA MELAKA

‘Saya akui bahawa telah membaca karya ini dan pada pandangan saya karya ini adalah memadai dari segi skop dan kualiti untuk tujuan penganugerahan Ijazah Sarjana Muda Kejuruteraan Mekanikal (Struktur dan Bahan)’

Tandatangan : .....

Nama Penyelia : EN. WAN MOHD FARID B. WAN MOHAMAD

Tarikh : 27 MAC 2008

PENYEDIAAN SERBUK HIDROKSIAPATIT MELALUI  
TEKNIK PEMENDAKAN

MOHD IRWAN SHAH BIN MOHD RABU

Laporan ini dikemukakan sebagai  
memenuhi sebahagian daripada syarat penganugerahan  
Ijazah Sarjana Muda Kejuruteraan Mekanikal (Struktur & Bahan)

Fakulti Kejuruteraan Mekanikal  
Universiti Teknikal Malaysia Melaka

MAC 2008

“Saya akui laporan ini adalah hasil kerja saya sendiri kecuali ringkasan dan petikan yang tiap-tiap satunya saya telah jelaskan sumbernya”

Tandatangan : .....  
Nama Penulis : MOHD IRWAN SHAH BIN MOHD RABU  
Tarikh : 27 MAC 2008

Untuk ibu dan bapa tersayang

Anisah binti Hussain

Mohd Rabu bin Ihsan

Adik-beradik yang disayangi

Saudara-saudara yang lain dan rakan seperjuangan....

## PENGHARGAAN

Syukur ke hadrat ilahi dengan limpah kurnia-Nya saya berjaya menyempurnakan kajian ini. Pertama sekali, jutaan terima kasih dan penghargaan setinggi-tingginya kepada Penyelia Projek Sarjana Muda ini, En. Wan Mohd Farid Bin Wan Mohamad, Pensyarah di Fakulti Kejuruteraan Mekanikal, Universiti Teknikal Malaysia Melaka (UTeM), dan Penyelia Kedua Projek Sarjana Muda ini, Puan Rafidah bt. Hasan di atas tunjuk ajar dan sumbangan bermakna bagi membantu, menegur dan membimbing saya untuk menghasilkan kajian ini.

Saya juga bersyukur kerana sepanjang saya menuntut ilmu di UTeM dipermudahkan oleh-Nya untuk menerima dan mengaplikasikan ilmu yang dipelajari. Segala rintangan dan halangan dapat diselesaikan dengan tekun dan sabar.

Penghargaan juga tidak seharusnya dilupakan untuk diberikan kepada ibu bapa serta ahli keluarga dan rakan-rakan seperjuangan yang telah banyak memberi dorongan dan bantuan secara langsung dan tidak langsung dalam menjayakan kajian ini. Turut tidak dilupakan En. Ismail, juruteknik makmal kimia yang ramah serta sentiasa membantu saya dalam menjalankan kajian ini.

Semoga penghasilan kajian ini mampu memberikan banyak manfaat dan dorongan kepada semua orang dan mencetus banyak idea untuk memperbaiki kajian ini di masa hadapan.

## ABSTRAK

Kajian ini adalah untuk menyediakan serbuk hidroksiapatit melalui teknik pemendakan. Satu campuran diantara 0.6 M  $H_3PO_4$  dengan 1.0 M  $Ca(OH)_2$  dipilih sebagai bahan mentah. Larutan 1.0 M  $NH_4OH$  digunakan sebagai pengawal pH supaya pH larutan sentiasa berada pada pH 11 hingga pH 12. 12 spesimen disediakan pada suhu pengkalsinan dan tempoh pengkalsinan yang berlainan. Ketika proses pemendakan dilakukan, bacaan pH larutan gagal mencapai pH 11. Analisis pembelauan sinar-X (XRD) dan analisis mikroskop elektron imbasan (SEM) dilakukan ke atas spesimen yang disediakan pada keadaan yang berlainan untuk membuat perbandingan saiz partikel dan struktur komposisi setiap serbuk. Keputusan analisis menunjukkan bahawa tidak wujud kehadiran unsur HAp di dalam kesemua serbuk dan unsur yang paling tinggi didapati adalah amorfus. Unsur - unsur yang hadir ialah  $CaPO_3(OH)$ ,  $CaPO_3(OH) \cdot 2H_2O$ ,  $(NH_4)_2 ZnH_4(P_2O_7)_2 \cdot 2H_2O$  dan  $\hat{\alpha}$ - $Ca_2P_2O_7$ . Daripada analisis yang dijalankan, beberapa faktor telah mempengaruhi hasil pemendakan yang diperolehi iaitu suhu persinteran, nilai pH jangkaan yang tidak berjaya dicapai, pembentukan kompleks dalam campuran dan perbezaan yang ketara diantara pH bahan mentah daripada pH yang sepatutnya.

## ABSTRACT

This study is to prepare hydroxyapatite powder through precipitation technique. A mixture of 0.6 M  $\text{H}_3\text{PO}_4$  with 1.0 M  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  had been chosen as the raw materials. 1.0 M  $\text{NH}_4\text{OH}$  solution is used as pH adjuster to make sure that the pH of the solution will be maintain between pH 11 to pH 12. 12 specimens were prepared at difference calcined temperature and difference calcined period of time. During the precipitation process, the reading of the pH of the solution failed to gain or achieved pH 11. XRD analysis and SEM analysis was done on the specimen that had been prepared at different situation to make a comparison on size of the particle and also structure of composition on each powder. Result of analysis shows that there's no existence of HAp element present in all powders and the highest element that exist is amorphous. Element that exist is  $\text{CaPO}_3(\text{OH})$ ,  $\text{CaPO}_3(\text{OH}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $(\text{NH}_4)_2 \text{ZnH}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  and  $\hat{\text{a}}\text{-Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ . From analysis that had been done, factors that affect the precipitation product that gained from the study are temperature of syntherization, predictable pH value that failed to achieved, complex formation in the mixture and also the difference that conspicuous between the pH of raw material and from experimental pH.



## KANDUNGAN

<b>BAB</b>	<b>PERKARA</b>	<b>MUKA SURAT</b>
	<b>PENGAKUAN</b>	ii
	<b>DEDIKASI</b>	iii
	<b>PENGHARGAAN</b>	iv
	<b>ABSTRAK</b>	v
	<b><i>ABSTRACT</i></b>	vi
	<b>KANDUNGAN</b>	vii
	<b>SENARAI JADUAL</b>	x
	<b>SENARAI RAJAH</b>	xi
	<b>SENARAI SIMBOL</b>	xiv
	<b>SENARAI LAMPIRAN</b>	xv
<b>BAB I</b>	<b>Pengenalan</b>	1
	1.1 Latar belakang	1
	1.2 Masalah yang dihadapi	2
	1.3 Objektif kajian	3
	1.4 Skop kajian	3
	1.5 Aplikasi dalam industri	5
<b>BAB II</b>	<b>KAJIAN ILMIAH</b>	6
	2.1 Pengenalan	6
	2.2 Penyediaan sampel yang telah dibangunkan	7
	2.3 Kaedah penghasilan serbuk	9

<b>BAB</b>	<b>PERKARA</b>	<b>MUKA SURAT</b>
	2.4 Ujian pencirian	11
	2.4.1 Analisis pembelauan sinar-X	12
	2.4.2 Analisis mikroskop elektron imbasan	16
	2.4.3 Pengukuran nisbah Ca/P oleh ICP-OES	19
<b>BAB III</b>	<b>METODOLOGI</b>	22
	3.1 Pengenalan	22
	3.2 Bahan mentah dan peralatan kajian	24
	3.3 Penyediaan sampel	24
	3.4 Penghasilan Sampel Serbuk HAp	25
	3.5 Analisis pencirian serbuk HAp	27
	3.5.1 Analisis mikroskop elektron Imbasan	28
	3.5.2 Analisis pembelauan sinar-X	29
<b>BAB IV</b>	<b>KEPUTUSAN</b>	31
	4.1 Penyediaan sampel	31
	4.2 Penghasilan sampel serbuk HAp	32
	4.3 Analisis pencirian sampel serbuk HAp	33
	4.3.1 Analisis mikroskop elektron Imbasan	33
	4.3.2 Analisis pembelauan sinar-X	36
<b>BAB V</b>	<b>PERBINCANGAN</b>	43
	5.1 Pengenalan	43
	5.2 Teknik pemendakan	43

<b>BAB</b>	<b>PERKARA</b>	<b>MUKA SURAT</b>
	5.3 Analisis sampel serbuk HAp yang terhasil	44
	5.3.1 Analisis mikroskop elektron imbasan	44
	5.3.2 Analisis pembelauan sinar-X	46
	5.4 Faktor-faktor yang telah mempengaruhi hasil kajian	46
<b>BAB VI</b>	<b>KESIMPULAN &amp; CADANGAN</b>	49
	6.1 Kesimpulan	49
	6.2 Cadangan	50
	<b>RUJUKAN</b>	52
	<b>BIBLIOGRAFI</b>	53
	<b>LAMPIRAN A</b>	55
	<b>LAMPIRAN B</b>	56
	<b>LAMPIRAN C</b>	61

## SENARAI JADUAL

<b>BIL.</b>	<b>TAJUK</b>	<b>MUKA SURAT</b>
2.1	Sampel pengenalpastian HAp dan penentuan eksperimen	10
2.2	Saiz purata hablur dikira dengan menggunakan formula Scherrer's untuk sampel disediakan melalui tiga teknik berbeza	16
2.3	Kepekatan Ca dan P dalam laporan proses yang berlainan	20
2.4	Kesan kepekatan elemen dalam sampel berlainan yang diperolehi	21
2.5	Garis unsur yang dibenarkan oleh piawaian ASTM 1185-1188	21
3.1	Komposisi bahan mentah bagi penyediaan satu sampel	24
3.2	Senarai sampel serbuk HAp yang dikenakan tempoh pengkalsinan & suhu pengkalsinan yang berbeza	27
3.3	Ujian pencirian yang dilakukan ke atas setiap sampel serbuk HAp.	28
4.1	Bacaan nilai pH yang diambil ketika proses penyediaan sampel	32
4.2	Bacaan saiz partikel bagi sampel serbuk HAp	35
4.3	Unsur-unsur tertinggi yang hadir di dalam sampel	41

## SENARAI RAJAH

<b>BIL.</b>	<b>TAJUK</b>	<b>MUKA SURAT</b>
2.1	Corak XRD bagi sampel diperolehi daripada proses pemendakan pertama	12
2.2	Corak XRD bagi sampel diperolehi daripada proses pemendakan kedua	12
2.3	Corak XRD bagi sampel tanpa rawatan kimia (a); dengan kimia bagi membuang CaO.CaO (b) dan CaCO <sub>3</sub> kelihatan (c)	13
2.4	Corak XRD bagi sintesis serbuk mendakan sebelum rawatan terma pada R1 (sampel A1), R2 (sampel A7) dan R3 (sampel A10)	13
2.5	Corak XRD bagi sintesis serbuk mendakan selepas rawatan terma pada R1	14
2.6	Corak XRD bagi sintesis serbuk mendakan selepas rawatan terma pada R2(sampel A8 dan A9) dan R3 (sampel A11 dan A12)	14
2.7	Corak pembelauan sinar-X serbuk bagi sintesis HAp oleh proses kimia basah	15
2.8	Struktur mikro bagi sampel yang diperolehi melalui proses pemendakan pertama	16
2.9	Struktur mikro bagi sampel yang diperolehi melalui proses pemendakan kedua	17
2.10	Mikrograf SEM bagi sampel A1 melalui sintesis serbuk HAp sebelum rawatan terma	18
2.11	Mikrograf SEM bagi sampel A4 melalui sintesis serbuk HAp selepas rawatan terma	18

<b>BIL.</b>	<b>TAJUK</b>	<b>MUKA SURAT</b>
2.12	Mikrograf SEM melalui <i>as-precipitated</i> HAp dalam campuran R2	18
2.13	Fotograf SEM bagi sintesis serbuk HAp melalui (A) proses kimia basah, (B) kaedah penyinaran gelombang mikro dan (C) kaedah hidrotermal	19
3.1	Carta alir bagi carta alir bagi keseluruhan peringkat penyediaan serbuk HAp	23
3.2	Graf suhu pengkalsian melawan masa pengkalsinan	26
3.3	Prinsip aplikasi SEM	29
3.4	Pembalikan sinar-X dari dua satah atom dalam pepejal	30
3.5	Skema diffraktometer serbuk sinar-X	30
4.1	Graf nilai pH melawan proses pengkalsinan	31
4.2	Mendakan dan campuran yang terhasil selepas proses penuaan	32
4.3	Bentuk-bentuk sampel yang diperolehi	33
4.4	Mikrograf SEM bagi sampel A1 yang tidak dikalsinkan; dengan kuasa pembesaran 2.0 K	34
4.5	Mikrograf SEM bagi sampel A4 yang dikalsinkan selama tujuh jam pada suhu 600°C; dengan kuasa pembesaran 2.0 K	34
4.6	Mikrograf SEM bagi sampel A7 yang dikalsinkan selama tujuh jam pada suhu 800°C; dengan kuasa pembesaran 2.0 K	34
4.7	Mikrograf SEM bagi sampel A13 yang dikalsinkan selama tujuh jam pada suhu 1200°C; dengan kuasa pembesaran 2.0 K	35
4.8	Paten XRD bagi sampel serbuk HAp A1 yang tidak melalui proses pengkalsinan	36

<b>BIL.</b>	<b>TAJUK</b>	<b>MUKA SURAT</b>
4.9	Patent XRD bagi sampel serbuk HAp (a) A2; (b) A3; (c) A4 yang dikalsinkan pada suhu 600°C tetapi pada masa yang berbeza iaitu tiga jam, lima jam dan tujuh jam	37
4.10	Patent XRD bagi sampel serbuk HAp (a) A5; (b) A6; (c) A7 yang dikalsinkan pada suhu 800°C tetapi pada masa yang berbeza iaitu tiga jam, lima jam dan tujuh jam	38
4.11	Patent XRD bagi sampel serbuk HAp (a) A8; (b) A9; (c) A10 yang dikalsinkan pada suhu 1000°C tetapi pada masa yang berbeza iaitu tiga jam, lima jam dan tujuh jam	39
4.12	Patent XRD bagi sampel serbuk HAp (a) A11; (b) A12; (c) A13 yang dikalsinkan pada suhu 1200°C tetapi pada masa yang berbeza iaitu tiga jam, lima jam dan tujuh jam	40
5.1	Perbandingan mikrograf SEM	44

**SENARAI SIMBOL**

$M$	Molar
$D$	persamaan Scherrer
$\beta$	lebar penuh pada separuh maksimum bagi puncak pembelauan, rad
$\theta$	sudut pembalikan puncak
$k$	pemalar
$\lambda$	jarak gelombang



**SENARAI LAMPIRAN**

<b>BIL.</b>	<b>TAJUK</b>	<b>MUKA SURAT</b>
A	Proses Penyediaan Sampel	54
B	Analisis Pembelauan Sinar-X	55
C	Analisis Mikroskop Elektron Imbasan	60

## BAB I

### PENGENALAN

#### 1.1 Latar Belakang

Kajian yang dilakukan ini ialah untuk menghasilkan serbuk hidroksiapatit melalui kaedah pemendakan dan mengkaji hablur yang terhasil dengan menggunakan ujian-ujian pencirian. Hidroksiapatit @ HAp [ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ] adalah satu sebatian tak organik di mana komposisi kimianya menyerupai komposisi tulang. Bentuk semulajadinya adalah kalsium apatit dengan formula  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ , tetapi lazimnya ditulis  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  bagi menunjukkan sel unit hablurnya mengandungi dua molekul.

HAp adalah ahli terakhir hidroksil bagi kumpulan apatit kompleks. Ion  $\text{OH}^-$  bagi HAp boleh diganti oleh fluorida, klorida atau karbonat. Ia terhablur dalam sistem hablur segi enam. HAp mempunyai nilai spesifik graviti 3.08 dan adalah bernilai 5 pada skala kekerasan Mohs. Serbuk HAp asli adalah berwarna putih dan secara semulajadinya, HAp juga mempunyai warna coklat, kuning atau hijau. Ia adalah bahan yang sangat menarik di dalam bidang bioperubatan dan contoh aplikasinya adalah seperti tulang pengganti dalam ortopedik dan pergigian disebabkan oleh ciri-ciri *biocompatibility*, *bioactivity* dan sifat *osteoconduction* nya.

Beberapa teknik telah digunakan bagi penyediaan HAp dan kalsium fosfat lain untuk tujuan pembangunan biomaterial. Penyediaan HAp telah dijalankan secara meluas dengan pendekatan yang berbeza seperti kaedah sol-gel, proses hidrotermal, kaedah gelombang mikro, kaedah ultrasonik pirolisis semburan, kaedah pemendakan, sistem emulsi dan sintesis sonokimia.

Kajian ini akan menggunakan teknik pemendakan bagi penghasilan serbuk HAp. Pemendakan adalah satu proses pembentukan pepejal dalam suatu larutan daripada satu tindak balas kimia. Apabila tindak balas kimia berlaku pepejal yang terhasil adalah dipanggil mendakan. Ini boleh berlaku apabila satu bahan yang tak larut iaitu mendakan, dibentuk dalam larutan disebabkan oleh satu tindak balas atau apabila larutan telah mengalami lampau tepu oleh sebatian tersebut. Pembentukan mendakan adalah satu gejala perubahan kimia. Dalam kebanyakan situasi, bentuk pepejal akan termendap ke dasar larutan (ia akan terapung jika ia kurang tumpat daripada pelarut).

Pemendakan dalam larutan berair adalah prosedur eksperimen yang paling banyak digunakan dalam penyediaan serbuk HAp kerana HAp adalah tidak larut dalam air. Proses kimia basah yang mana berasaskan teknik pemendakan, adalah paling mudah, ringkas dan biasa digunakan.

## **1.2 Masalah Yang Dihadapi**

Terdapat beberapa masalah yang telah dihadapi sepanjang kajian dijalankan. Masalah paling utama lebih tertumpu kepada penyediaan sampel di mana terdapat beberapa batasan pada kaedah pemendakan yang digunakan.

Batasan pertama yang perlu diambil perhatian ialah pemendakan mungkin sukar untuk air yang tercemar dengan pelbagai unsur logam. Jika proses pemendakan untuk suatu unsur logam telah ditambah dengan unsur lain, penambahan tersebut mungkin akan menghalang proses pemendakan bagi unsur sebelumnya. Batasan kedua yang perlu dihadapi pula ialah melibatkan kuantiti bahan kimia yang ditambah. Kuantiti bahan kimia yang ditambah mesti dikawal supaya kepekatan yang tidak dikehendaki dalam rawatan kumbahan tidak akan berlaku. Rawatan pada air yang dikeluarkan juga memerlukan pelarasan pH yang betul.

### **1.3 Objektif Kajian**

Terdapat beberapa objektif yang telah digariskan di dalam kajian. Objektif – objektif ini akan dijadikan panduan sepanjang kajian ini dijalankan.

Objektif yang telah digariskan adalah mengkaji faktor tempoh pengkalsinan dan suhu pengkalsinan yang berbeza ke atas serbuk HAp. Faktor-faktor ini adalah penting bagi menghasilkan serbuk HAp yang sempurna. Kajian ini juga adalah bagi mengenalpasti tempoh pengkalsinan dan suhu pengkalsinan yang paling sesuai dalam menghasilkan HAp yang tulen.

Objektif lain yang telah digariskan ialah membuat perbandingan saiz partikel dan struktur komposisi bagi setiap serbuk HAp. Perbandingan ini dibuat setelah serbuk HAp dianalisis menggunakan analisis mikroskop elektron imbasan (SEM) dan analisis pembelauan sinar-X (XRD).

### **1.4 Skop Kajian**

Skop pertama yang telah ditetapkan di dalam kajian ini ialah mengkaji bentuk hablur yang terhasil dalam serbuk HAp. Kajian bagi mengenalpasti bentuk hablur dijalankan menggunakan beberapa prosedur iaitu ujian pencirian dan analisa bentuk hablur yang terhasil.

Skop kedua bagi kajian ini ialah menentukan bahan mentah yang digunakan untuk menghasilkan HAp. Jurnal-jurnal yang berkaitan dan sumber dari internet telah dijadikan rujukan bagi mengenalpasti kuantiti, ketumpatan dan bahan mentah yang sesuai digunakan. Skop ketiga ialah mengenalpasti aplikasi HAp dalam industri berkaitan. Kebanyakan aplikasi HAp digunakan di dalam bidang bioperubatan. Jadi, skop kajian akan tertumpu kepada aplikasi HAp dan sumbangannya di dalam bidang tersebut.

Skop seterusnya ialah mengenalpasti dan menetapkan pembolehubah seperti nilai pH, masa penuaan dan suhu pemanasan semasa proses penyediaan HAp. Ini bagi mewujudkan pembolehubah yang sesuai yang dapat menghasilkan hablur yang berbeza saiz partikel dan struktur komposisinya di akhir eksperimen. Skop kelima bagi kajian ini ialah menghasilkan serbuk HAp yang mempunyai struktur berhablur. Proses penghasilan serbuk HAp perlu mengikut prosedur yang telah ditetapkan bagi memastikan struktur hablur terhasil.

Skop keenam bagi kajian ini ialah melakukan ujian-ujian pencirian ke atas serbuk HAp. Ujian ini penting bagi melihat ciri-ciri hablur dan serbuk yang terhasil daripada eksperimen. Ianya dilakukan dengan menggunakan beberapa teknik yang berbeza seperti analisis SEM dan analisis XRD. Skop terakhir yang telah ditetapkan ialah menganalisis data-data yang terhasil daripada kajian yang dilakukan. Skop ini ditetapkan bagi memastikan objektif kajian dicapai iaitu bagi membuat perbandingan saiz partikel dan struktur komposisi bagi setiap serbuk HAp.

## 1.5 Aplikasi Dalam Industri

Bidang penyelidikan biomaterial telah menfokuskan kepada sintesis oleh seramik sejak tiga dekad yang lalu bagi aplikasi dalam *ortho-pedics* dan pergigian. Penggunaan HAp adalah dicadangkan kerana mereka mempamerkan perhubungan biologi dan aktiviti di sekeliling tisu-tisu hos apabila tertanam. HAp digunakan secara meluas dalam bidang perubatan dan *oral biology* disebabkan apatit memiliki struktur yang sama seperti enamel, dentin dan tulang yang biasanya dikenali sebagai “tisu keras”.

Salutan HAp juga sering digunakan ke atas implan logam seperti titanium/aloi titanium dan keluli tahan karat untuk mengubah ciri-ciri permukaan logam tersebut dengan menggunakan kaedah penyemburan plasma. Dengan kaedah ini tubuh badan akan menganggap ianya sebagai bahan HAp dan dapat diterima di dalam badan. Tanpa salutan ini badan akan menganggap ianya sebagai satu jisim asing dan akan mengasingkannya daripada tisu-tisu sekeliling.

Teknik pemendakan pula biasanya digunakan dalam membuat pigmen, membuang garam daripada air dalam perawatan air dan dalam analisis kimia kualitatif. Teknik ini sangat efektif dalam kebanyakan aplikasi industri dan saintifik yang mana tindak balas kimia mungkin menghasilkan pepejal yang boleh dikumpul daripada larutan dengan pelbagai kaedah, contohnya penapisan atau pengemparan.. Pemendakan daripada suatu larutan pepejal juga adalah salah satu cara yang berguna bagi menguatkan logam dan proses ini dikenali sebagai proses penguatan larutan pepejal.

## BAB II

### KAJIAN ILMIAH

#### 2.1 Pengenalan

Kaedah pemendakan secara amnya ialah proses pembentukan pepejal oleh pengasingan daripada campuran, sama ada dengan mengubah bahan kepada bentuk pepejal atau dengan menukarkan komposisi pelarut bagi mengurangkan kebolehlarutan bahan di dalamnya. Dalam analisis kimia, kaedah pemendakan digunakan secara meluas untuk mengesan pengasingan fasa bahan dalam larutan berair. Mendakan yang terhasil boleh diasingkan daripada fasa larutan dengan penapisan atau pengempuran, dan kuantiti pepejal yang terhasil ditentukan melalui penimbangan.

Pemendakan juga mungkin digunakan bagi tujuan lain seperti bagi membuang bahan yang tidak dikehendaki di dalam larutan. Kuantiti bahan yang boleh diasingkan daripada larutan boleh dikenalpasti daripada pemalar kebolehlarutan hasil yang diperolehi dengan mengenalpasti kuantiti bahan terlarut yang hadir di dalam larutan tepu yang diketahui amannya. Nilai ini dikenali sebagai kebolehlarutan. Kebolehlarutan boleh diubah dengan menambah ke dalam larutan sebarang ion yang boleh meningkatkan kadar pemendakan.

Pelbagai teknik boleh digunakan dalam usaha mengurangkan pencemaran oleh ion asing dan pemendakan daripada larutan cair adalah yang paling efektif. Pemanasan campuran tindakbalas mempercepatkan proses penghabluran semula di mana ion asing yang sebatu dengan campuran mungkin akan kembali kepada fasa larutannya. Sekiranya kaedah-kaedah ini gagal mengurangkan kuantiti ion asing

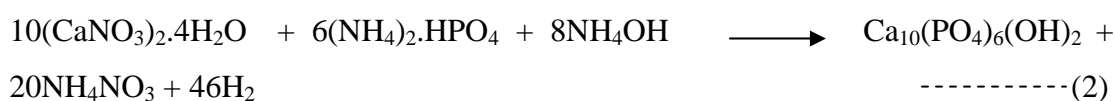
yang sebatu di dalam fasa pepejal, mendakan tersebut dilarutkan semula dan kaedah pemendakan akan diulang sekali lagi seperti prosedur sebelumnya.

## 2.2 Penyediaan Sampel Yang Telah Dibangunkan

Vázquez *et al.* (2005) telah menjalankan kajian HAp stoikiometri menggunakan kaedah pemendakan dan sol gel. Dua jenis proses yang berkaitan dengan kaedah pemendakan telah dijalankan iaitu proses pemendakan pertama dan proses pemendakan kedua. Untuk proses pemendakan pertama, kajian dibangunkan melibatkan percampuran 100mL larutan 0.6 M asid fosforik ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )(Merck, 85%) kepada 100mL larutan 1.0 M kalsium hidroksida ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ )(J.T.Baker, 97%). Persamaan kimia tindakbalas adalah seperti berikut:



Untuk proses pemendakan kedua, bahan-bahan mentah yang digunakan dalam menghasilkan serbuk HAp ialah kalsium nitrat tetrahidrat ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) (J.T.Baker, 99.9%), diamino monoasid fosfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ )(J.T.Baker, 98.5%) dan ammonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )(J.T.Baker 20-30%). Persamaan kimia tindakbalas adalah seperti berikut:



Dalam *Erlenmeyer flask* yang mengandungi 300 mL larutan 1 M  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 200 mL larutan 0.6 M  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  telah ditambah pada kadar 22 mL/min, dan 14mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  digunakan bagi mengawal sistem pada  $95^\circ\text{C}$  dengan pengadukan sekata selama satu jam.