

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan terhitung sejak bulan Desember 2014 sampai dengan Mei 2015. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, dengan uji karakterisasi yang dilakukan di Laboratorium Material UIN Jakarta dan Laboratorium Pusat Sumber Daya Geologi Bandung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven, *pressure cooker*, kompor listrik, neraca digital, mortal dan pastel, nampan, *beaker glass* larutan, cetakan *pellet*, *furnace*, kertas label, Plastik, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tulang sapi, silika sekam padi, aquades, larutan NaOH 1 N dan larutan HCl 1 N.

C. Prosedur Penelitian

1. Prosedur preparasi tulang sapi

Untuk memperoleh hidroksiapatit dari tulang sapi digunakan prosedur sebagai berikut:

1. Membersihkan tulang sapi dengan air secara berulang-ulang.

2. Mengeringkan tulang sapi dengan oven pada suhu 120°C selama 3 jam.
3. Merebus tulang sapi dalam *pressure cooker* selama 8 jam, dengan ketentuan setiap 2 jam sekali dilakukan penambahan air pada garis batas alat.
4. Mengeringkan tulang sapi dengan oven pada suhu 150°C selama 2 jam.
5. Merendam tulang sapi menggunakan larutan HCl 1 N selama 24 jam.
6. Meniriskan dan mengeringkan tulang sapi dengan oven pada suhu 100°C selama 12 jam, kemudian mencuci bersih dengan aquades.
7. Merendam kembali menggunakan larutan NaOH 1 N selama 24 jam.
8. Meniriskan dan mengeringkan kembali tulang sapi dengan oven pada suhu 100°C selama 12 jam selanjutnya membersihkan tulang sapi menggunakan aquades.
9. Menggerus tulang sapi selama 3 jam.

2. Prosedur silika sekam padi

Untuk memperoleh silika dari bahan dasar sekam padi digunakan metode pengabuan dengan prosedur sebagai berikut:

1. Membersihkan sekam padi dengan air biasa secara berulang ulang.
2. mengeringkan sekam padi yang sudah benar-benar bersih dari tanah dan kotoran-kotoran lainnya.
3. Merendam sekam padi dengan menggunakan air panas selama 15 menit.
4. Mengeringkan sekam padi dengan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 2 jam.
5. Membakar sekam padi dengan menggunakan *furnace* selama 5 jam pada suhu 700°C.

6. Menggerus silika hasil pembakaran sekam padi selama 2 jam.

3. Prosedur pencampuran hidroksiapatit dengan 10 % berat silika.

Berikut adalah prosedur yang digunakan untuk mencampur hidroksiapatit yang diperoleh dari tulang sapi dengan 10% silika berat silika.

1. Mencampur serbuk hidroksiapatit dan serbuk silika dengan perbandingan 10% berat silika.
2. Menambahkan larutan etanol sampai sampel tenggelam.
3. Menstirrer sampel selama 3 jam.
4. Membiarkan (aging) sampel selama 24 jam.
5. Memisahkan larutan etanol dengan endapan sampel.
6. Mengoven endapan sampel selama 100°C selama 10 jam.
7. Menggerus sampel selama 3 jam.
8. Membakar sampel dengan menggunakan *furnace* pada suhu 1200°C dengan waktu tahan 3 jam.
9. Mengkarakterisasi sampel.

D. Preparasi Bahan Dasar

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tulang sapi dan sekam padi, berikut adalah preparasi bahan dasar yang dilakukan pada penelitian ini.

1. Tulang sapi

Tulang sapi yang digunakan adalah tulang sapi yang masih dalam kondisi baik, bukan tulang sapi yang sudah terlalu lama. Awalnya tulang sapi yang digunakan

masih berbentuk bongkahan-bongkahan, kotor dan masih adanya bekas-bekas daging yang menempel pada tulang. Untuk mendapatkan sampel yang diinginkan sehingga perlu dilakukan preparasi bahan terlebih dahulu. Preparasi bahan dimulai dengan pemotongan tulang sapi kecil-kecil dari bentuk semula berupa bongkahan. Kemudian memilih bentuk dan struktur potongan tulang yang bagus sebagai bahan penelitian karena menentukan banyak atau sedikitnya kandungan kalsium, dalam hal ini dipilihlah jenis tulang kortikal. Selanjutnya membersihkan sisa-sisa daging yang masih melekat pada tulang dan mencuci berulang-ulang menggunakan air hingga bersih.

2. Sekam padi

Sekam padi yang digunakan adalah sekam padi yang masih dalam kondisi baik, tidak terlalu lama sehingga tidak dalam kondisi busuk. Hal ini dapat dilihat dari warna dan bentuknya yang masih terlihat baru. Sekam padi yang baru diambil dari pabrik penggilingan umumnya masih bercampur dengan kotoran-kotoran sisa penggilingan seperti tanah, daun bahkan batang jerami itu sendiri, sehingga untuk mendapatkan sampel yang diinginkan perlu dilakukan preparasi bahan terlebih dahulu. Preparasi dimulai dengan mencuci berkali-kali sekam padi dengan menggunakan air sampai benar-benar bersih. Kemudian sekam padi ditiriskan untuk mengurangi kadar air sisa pencucian sebelumnya. Sekam padi yang sudah kering direndam di air panas selama 15 menit, dengan tetap membuang sekam padi dan kotoran-kotoran yang mengapung selama proses perendaman. Tahap terakhir pada preparasi ini adalah sekam padi ditiriskan dan langsung dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 2 jam.

E. Perendaman Sampel pada Larutan

Perendam yang dilakukan dengan menggunakan larutan HCl 1 N selama 24 jam bertujuan untuk menghilangkan kandungan pengotor pada tulang sapi. Lalu meniriskan hasil rendaman dan mengeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Berikutnya mencuci bersih menggunakan aquades. Tahap selanjutnya perendaman menggunakan larutan NaOH dengan perlakuan yang sama yaitu merendam tulang sapi hasil perendaman HCl selama 24 jam yang bertujuan menetralkan kandungan HCl yang masih melekat pada tulang sapi. Kemudian mengeringkan kembali menggunakan oven pada suhu yang sama yakni 100°C selama 12 jam dan mencuci bersih dengan aquades.

F. Sintering

Proses selanjutnya yang dilakukan pada sekam padi yang sudah siap digunakan adalah *sintering* yang dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran (*furnace*). Pada proses ini sekam padi *disintering* dengan menggunakan suhu 700°C selama 5 jam. Dengan pembakaran sekam padi pada suhu 700°C selama 5 jam, diharapkan dapat menghilangkan semua unsur yang tidak diperlukan pada sekam padi sehingga diperoleh silika murni pada tahap akhir pembakaran.

G. Preparasi Karakterisasi

Dari bahan yang sudah diperoleh, dilanjutkan dengan proses penggerusan kurang lebih selama 3 jam untuk tulang sapi dan 2 jam untuk silika sekam padi. Selanjutnya dilakukan pencampuran komposit hidroksiapatit dengan 10% berat silika sekam padi dengan menggunakan pelarut etanol dan distirrer selama 3 jam.

Setelah sampel diendapkan selama 24 jam kemudian sampel dipisahkan dari endapan dan di oven pada suhu 100°C kemudian sampel digerus lagi selama 3 jam dan di *furnace* selama 3 jam pada suhu 1200°C. Pada tahap akhir dilakukan uji karakterisasi yang meliputi karakterisasi FTIR, SEM, dan XRD

a. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi bahan hidroksiapatit. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses FTIR adalah:

1. Menimbang sampel halus sebanyak $\pm 0,1$ gram.
2. Menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.
3. Mencampur KBr dan sampel ke dalam *mortal* dan mengaduk hingga keduanya rata.
4. Menyiapkan cetakan *pellet*, mencuci bagian sampel, base dan tablet *frame* dengan kloroform.
5. Memasukkan sampel KBr yang telah dicampur dengan set cetakan *pellet*.
6. Menghubungkan dengan pompa vakum untuk meminimalkan kadar air.
7. Meletakkan cetakan pompa hidrolik dan memberikan tekanan sebesar ± 8 *gauge*.
8. Menghidupkan pompa vakum selama 15 menit.
9. Mematikan pompa vakum, kemudian menurunkan tekanan dalam cetakan dengan cara membuka keran udara.
10. Melepaskan *pellet* KBr yang telah terbentuk dan menempatkan *pellet* KBr pada tablet *holder*.

11. Menghidupkan alat dengan mengalirkan sumber arus listrik, alat interferometer dan komputer.

b. XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal bahan hidroksiapatit. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses XRD adalah:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, kemudian merekatkannya pada kaca dan memasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian meletakkannya pada *sampel stand* dibagian *goniometer*.
3. Memasukkan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut *file* data.
4. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.
6. Mengambil sampel setelah pengukuran cuplikan selesai.
7. Data yang terekam berupa sudut difraksi (2θ), besarnya intensitas (I), dan waktu pencatatan perlangkah (t).

8. Setelah data diperoleh analisis *kualitatif* dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standard (PDF = *Power Diffraction File*).

c. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

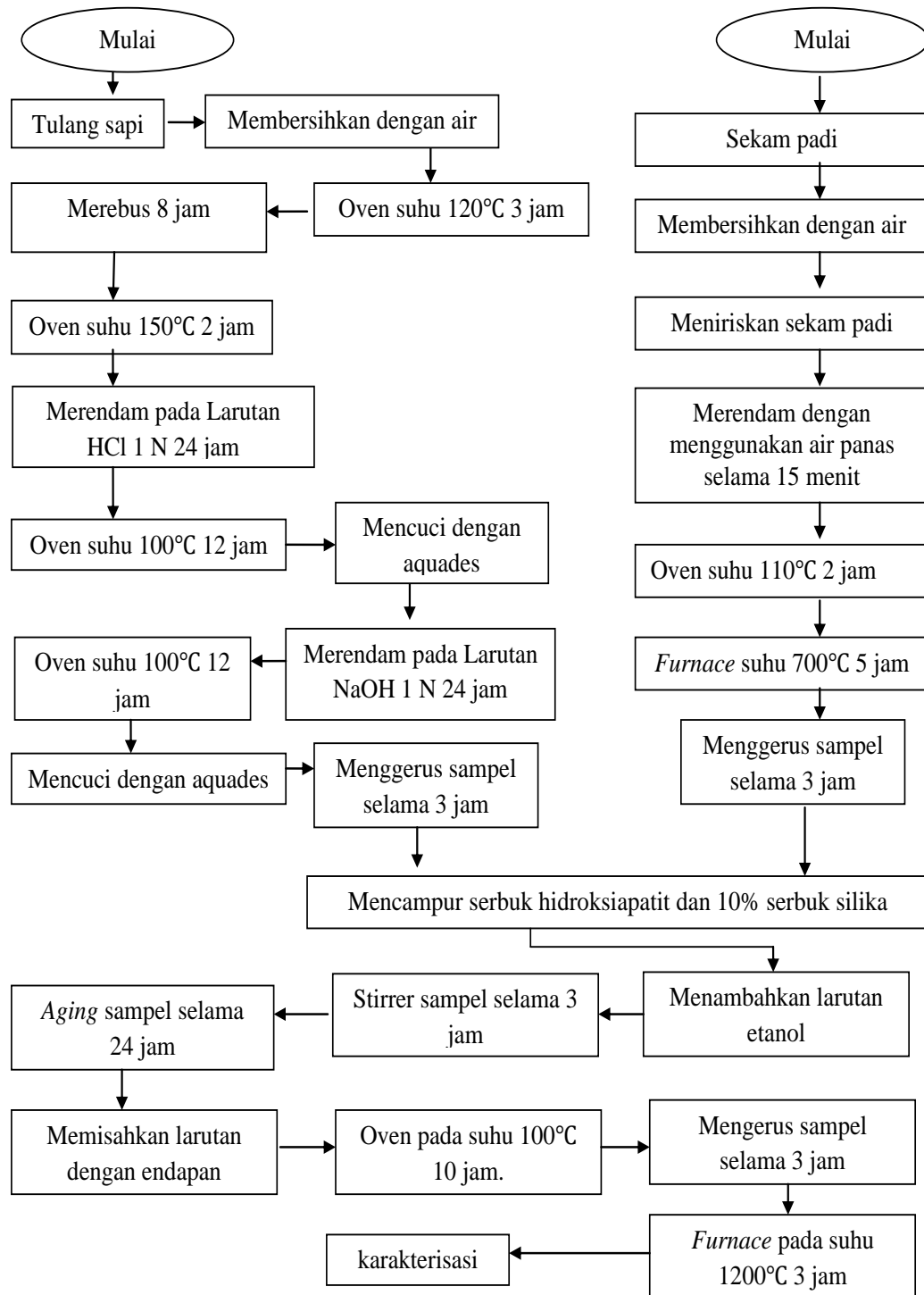
Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur hidroksiapatit.

Langkah-langkah dalam proses SEM adalah:

1. Memasukkan sampel yang akan dianalisa ke *vacum column*, dimana udara akan dipompa keluar untuk menciptakan kondisi vakum. Kondisi vakum ini diperlukan agar tidak ada molekul gas yang dapat mengganggu jalannya elektron selama proses berlangsung.
2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke satu titik di sampel.
3. Sinar elektron tersebut akan dipantulkan ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke komputer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

H. Diagram Alir

Adapun diagram alir penelitian preparasi dan karakterisasi komposit hidroksiapatit 10% berat yang berbahan dasar tulang sapi dan sekam padi dapat dilihat pada gambar 3.1 di bawah ini:



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.