

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu pelaksanaan penelitian terhitung sejak bulan Maret 2015 sampai dengan Mei 2015. Tempat penelitian dilaksanakan di beberapa tempat yang berbeda yaitu; persiapan sampel dan pembakaran di *furnace* di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. XRD dilakukan di Laboratorium Universitas Islam Negeri Jakarta. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Universitas Islam Negeri Jakarta dan Karakterisasi SEM-EDS dilakukan di Laboratorium P3GL Bandung.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya yaitu oven sebagai mengeringkan bahan, *pressure cooker* untuk merebus tulang sapi, mortar dan pestle sebagai alat penggerus, *furnace* untuk membakar sampel, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merk Perkin Elmer Spectrum One, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merk Philips XL20, *X-Ray Diffraction* (XRD) merk Shimadzu X-Ray Diffractometer 7000. Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tulang sapi.

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Membersihkan tulang sapi dengan air secara berulang-ulang.
- b. Mengeringkan tulang sapi dengan oven pada suhu 120°C selama 3 jam.
- c. Merebus tulang sapi dalam *pressure cooker* selama 8 jam, dengan ketentuan setiap 2 jam sekali dilakukan penambahan air pada garis batas alat.
- d. Mengeringkan tulang sapi dengan oven pada suhu 150°C selama 2 jam.
- e. Memanaskan pada suhu pembakaran 800°C dan 1200°C dengan sintering pada masing-masing sampel selama 6 jam yang sebelumnya penahanan sampel selama 30 menit pada suhu 300°C.
- f. Mengerus sampel selama ± 3 jam.
- g. Mengkarakterisasi sampel menggunakan karakterisasi FTIR, SEM dan XRD.
- h. Menganalisis hasil dari karakterisasi sampel.

3.4 Preparasi Sampel

3.4.1 Preparasi Bahan Dasar

Tulang sapi sebagai sampel pada awalnya harus dibersihkan dengan air berkali-kali agar bersih dari kotoran dan bekas-bekas daging yang menempel pada tulang. Kemudian memotong tulang sapi kecil-kecil dari bentuk semula berupa bongkahan. Kemudian memilih bentuk dan struktur potongan tulang yang bagus sebagai bahan penelitian karena banyak atau sedikitnya kandungan kalsium. Untuk

mendapatkan sampel yang diinginkan agar bisa diteliti melalui suatu data yang diperoleh dengan cara mengkarakterisasi bahan, sehingga perlu dilakukan preparasi tulang sapi.

3.4.2 Pengeringan Tulang Sapi

Setelah diperoleh bahan dasar sebagai sampel penelitian, dilakukan pengeringan dengan oven pada suhu 120°C selama 3 jam. Selanjutnya merebus tulang sapi menggunakan pressure cooker selama 8 jam dari air mulai mendidih, kemudian setiap 2 jam sekali dilakukan penambahan air pada alat garis batas dengan tujuan agar tidak menyusut saat dipanaskan dalam rentang waktu yang cukup lama. Selanjutnya meniriskan hasil rebusan dan kembali mengeringkan tulang sapi menggunakan oven dengan suhu 150°C selama 2 jam.

3.4.3 Preparasi Karakterisasi

Dari bahan yang sudah diperoleh, dilanjutkan dengan proses penggerusan kurang lebih selama 3 jam untuk dilakukan karakterisasi sampel FTIR, SEM, dan XRD. Pembakaran sampel selama 6 jam dengan suhu 800°C dan 1200°C. Sebelum ditahan selama 6 jam, dilakukan penahanan pada suhu 300°C selama 30 menit. Hasil pembakaran kemudian diambil beberapa sampel yang digerus sampai halus untuk uji karakterisasi FTIR.

3.5 Karakterisasi

3.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dengan komposisi dasar pembentuk senyawa biokeramik hidroksiapatit pada setiap

sampel setelah proses sintering. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses karakterisasi XRD adalah :

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, yaitu sampel tulang sapi. Kemudian direkatkan pada kaca dan dipasang pada tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sempel holder*) dengan lilin perekat.
2. Memasang sampel yang telah disimpan pada sampel *holder* kemudian diletakkan pada *sempel stand* dibagian *goniometer*
3. Memasukan 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 “*star*” pada menu komputer, dimana sinar-x akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,54006 Å.
5. Mengamati hasil difraksi pada monitor komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dan gambarnya akan dicetak oleh mesin *printer*.

Setelah data yang diperoleh dianalisis *kualitatif* dengan menggunakan *search match analysis* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standar.

3.5.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan untuk melihat mikrosktruktur dari sampel biokeramik hidroksiapatit. Langkah-langkah dalam proses SEM adalah :

1. Menyiapkan sampel.

2. Memasukkan sampel dalam mesin coating untuk memberi lapisan tipis yang berupa gold-poladium selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan tebal 200-400 Å.
3. Menembakkan elektron yang akan melewati berbagai lensa yang ada menuju ke suatu titik di sampel.
4. Memantulkan sinar elektron tersebut ke detektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke komputer dan menampilkan gambar yang sudah diperbesar 5.000 kali.

3.5.3 Fourier Transform Infrared (FTIR)

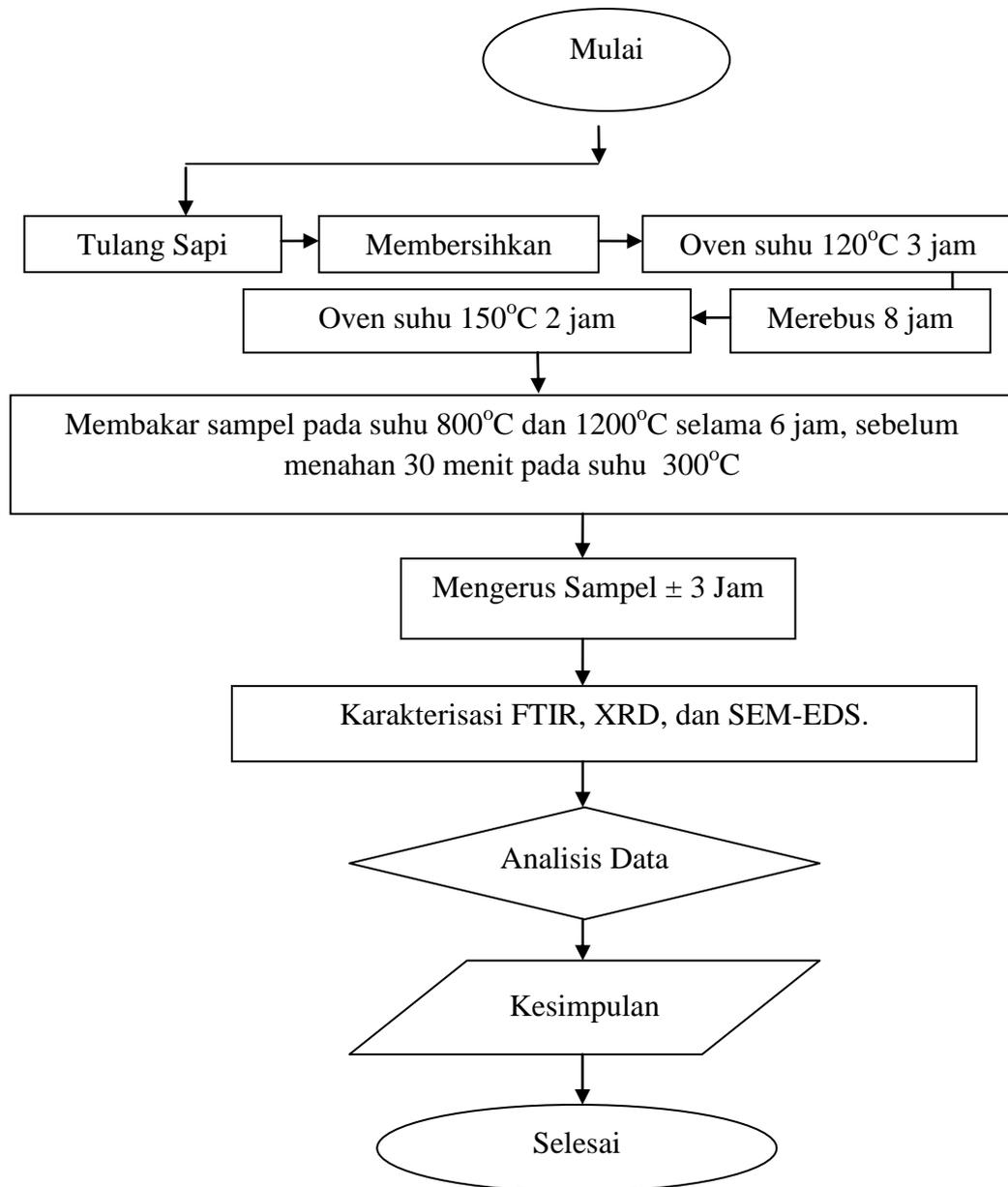
Karakterisasi sampel biokeramik hidroksiapatit dengan FTIR dilakukan untuk menganalisa gugus fungsi yang muncul dari sampel. Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses FTIR adalah :

1. Menimbang sampel halus $\pm 0,1$ gram.
2. Menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa $\pm 1\%$ dari berat KBr.
3. Mencampurkan KBr dan sampel ke dalam *mortar* dan mengaduk sampel hingga keduanya homogen.
4. Menyiapkan cetak pellet, mencuci bag sampel, *base* dan *tablet frame* dengan menggunakan 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 hidrolis 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 menempelkan *pellet* KBr pada *sampel holder*.
11. Mengaktifkan alat (interferometer dan komputer) dengan menghubungkan ke jala listrik.
12. Mengklik “*shoucut* FTIR 8400” pada layar computer yang menandakan program interferometer.
13. Menempatkan sampel dalam alat interferometer, kemudian mengklik FTIR 8400 pada computer dan mengisi *file* data.
14. Mengklik “sampel start” untuk memulai dan untuk memuculkan harga bilangan gelombang mengklik “calc” pada menu, kemudian mengklik “peak table” kemudian mengklik “ok”.
15. Mematikan computer dan alat interferometer lalu memutuskan hubungan dengan jala listrik.

3. 6 Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian bahan tulang sapi dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Diagram alir penelitian.