III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan terhitung sejak bulan Januari 2015 sampai dengan Juni 2015. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, dengan uji karakterisasi yang dilakukan di Laboratorium Material UIN Jakarta, Laboratorium Material ITS Surabaya dan Lembaga Pembinaan dan Pengembangan Potensi Generasi Muda (LP3GM) Bandung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain oven, *pressure cooker*, kompor listrik, neraca digital, *magnetic stirrer*, *ball mill*, mortal dan pastel, cawan, *beaker glass*, *erlenmeyer*, gelas ukur, corong, pipet tetes, saringan, kertas saring, *alumunium foil*, cetakan, *pellet*, *furnace*, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *Scanning Electron Microscop-Energy Disversive Spectrometer* (SEM-EDS) dan *X-Ray Diffractions* (XRD). Sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain tulang sapi, sekam padi, aquades, ethanol, KOH, HCl, NaOH.

C. Prosedur Penelitian

1. Prosedur Preparasi Tulang Sapi

Untuk memperoleh hidroksiapatit berbahan dasar tulang sapi digunakan prosedur sebagai berikut:

1. Membersihkan tulang sapi dengan air secara berulang-ulang.
2. Mengeringkan tulang sapi dengan oven pada suhu 100℃ 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 suhu 150℃ selama 2 jam.
5. Merendam tulang sapi menggunakan larutan HCl 1 N selama 24 jam.
6. Meniriskan dan mengeringkan tulang sapi dengan oven suhu 100℃ selama 3 jam, kemudian mencuci bersih dengan aquades.
7. Merendam kembali menggunakan larutan NaOH 1 N selama 24 jam dan membersihkan tulang sapi menggunakan aquades.
8. Meniriskan dan mengeringkan kembali tulang sapi dengan oven suhu 100℃ selama 3 jam
9. Menggerus tulang sapi selama3 jam.
10. Mealakukan *ball mill* pada tulang sapi dengan menambahkan etanol selama 2 jam (*aging*)
11. Mengoven tulang sapi 100 ℃ selama 2 jam dan menggerus selama 1 menit

2. Prosedur Silika Sekam Padi

Untuk memperoleh silika dari bahan dasar sekam padi digunakan metode sol-gel dengan prosedur sebagai berikut:

1. Membersihkan sekam padi dari kotoran seperti batang dan daun.
2. Merendam sekam padi, sekam yang mengapung dibuang dan sekam yang mengendap diambil.
3. Membersihkan sekam padi dengan air biasa secara berulang ulang.
4. mengeringkan sekam padi dibawah sinar matahari
5. Merendam sekam padi dengan menggunakan air panas selama 15 menit.
6. Mengeringkan sekam padi dibawah sinar matahari hingga mengering kemudian mengeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 110℃ selama 2 jam.
7. Mengekstraksi sekam padi dengan mencampurkan larutan KOH 5% kedalam sekam padi dan dipanaskan selama 1 jam (*aging*).
8. Mengubah sol menjadi gel dengan memberi larutan HCl 10% sedikit demi sedikit hingga sol berubah menjadi gel coklat (*aging*).
9. Memutihkan gel coklat menggunakan pemutih (*aging*)
10. Mengoven gel putih 100 ℃ selama 8 jam hingga mengering dan berbentuk padatan silika berwarna putih.
11. Menggerus silika padatan selama 3 jam hingga menjadi serbuk silika

3. Prosedur komposit hidroksiapatit-silika 5%.

Berikut adalah prosedur yang digunakan untuk komposit hidroksiapatit-silika 5%.

1. Mencampur serbuk hidroksiapatit dan serbuk silika dengan perbandingan 5% silika kedalam larutan etanol
2. Menstirrer sampel selama 3 jam dan di (*aging*).
3. Memisahkan larutan etanol dengan endapan sampel.

4. Mengoven endapan sampel 100 ℃ selama 2 jam.
5. Menggerus sampel selama 1 jam.
6. Membakar sampel dengan menggunakan *furnace* pada suhu 1200℃ dengan waktu tahan 3 jam.
7. Mengkarakterisasi sampel menggunakan FTIR, XRD, dan SEM-EDS.

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. Tulang sapi yang digunakan masih berbentuk bongkahan-bongkahan, kotor dan masih adanya sisa-sisa 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 merendam, membuang sekam yang mengapung mengambil sekam yang mengendap. Mencuci sekam padi hingga benar bersih, ditiriskan dan menjemur sekam dibawah sinar matahari. Sekam padi yang sudah kering direndam di air panas selama 15 menit, sekam yang mengapung dibuang dan mengendap diambil lalu sekam dijemur kembali dibawah sinar matahari hingga mengering dan dioven 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℃ selama 3 jam. Berikutnya mencuci bersih mengguanakan 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℃ selama3 jam dan mencuci bersih dengan aquades.

F. Proses Sol-Gel

Proses ini sekam padi di ekstraksi dengan mencampurkan larutan KOH kedalam sekam padi dan dipanaskan selama 1 jam (*aging*). Proses sol menjadi gel menggunakan larutan HCl dengan memberi larutan HCl sedikit demi sedikit kedalam sol hingga berubah menjadi gel coklat. Memutihkan gel coklat menjadi gel berwarna putih dengan menggunakan pemutih. Pengovenan gel putih sleama 8 jam dengan suhu 100 ^{o}C hingga mengering dan berbentuk silika padatan berwarna putih dan digerus selama 3 jam hingga menjadi serbuk silika.

G. Preparasi Karakterisasi

Dari bahan yang sudah diperoleh, selanjutnya dilakukan pencampuran 95 gram hidroksiapatit dengan 5 gram silika kedalam larutan etanol dengan menggunakan *stirrer* selama 3 jam, dioven 100^{o}C selama 2 jam dan digerus selama 1 jam. Pada tahap akhir dilakukan uji karakterisasi yang meliputi karakterisasi FTIR, SEM-EDS, dan XRD.

1. 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 ± 0,1 gram.
2. Menimbang sampel padat (bebas air) dengan massa ± 1% dari berat KBr.
3. Mencampur KBr dan sampel kedalam 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.

2. 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 computer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, member nama cuplikan dan member nomorurut *fille* data.
4. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah "*start*" pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradia sisa mpel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.
5. Melihat hasil difraksi pada computer 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 analisys* yaitu membandingkan data yang diperoleh dengan data standar (PDF = *Power Diffraction File*).

3. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

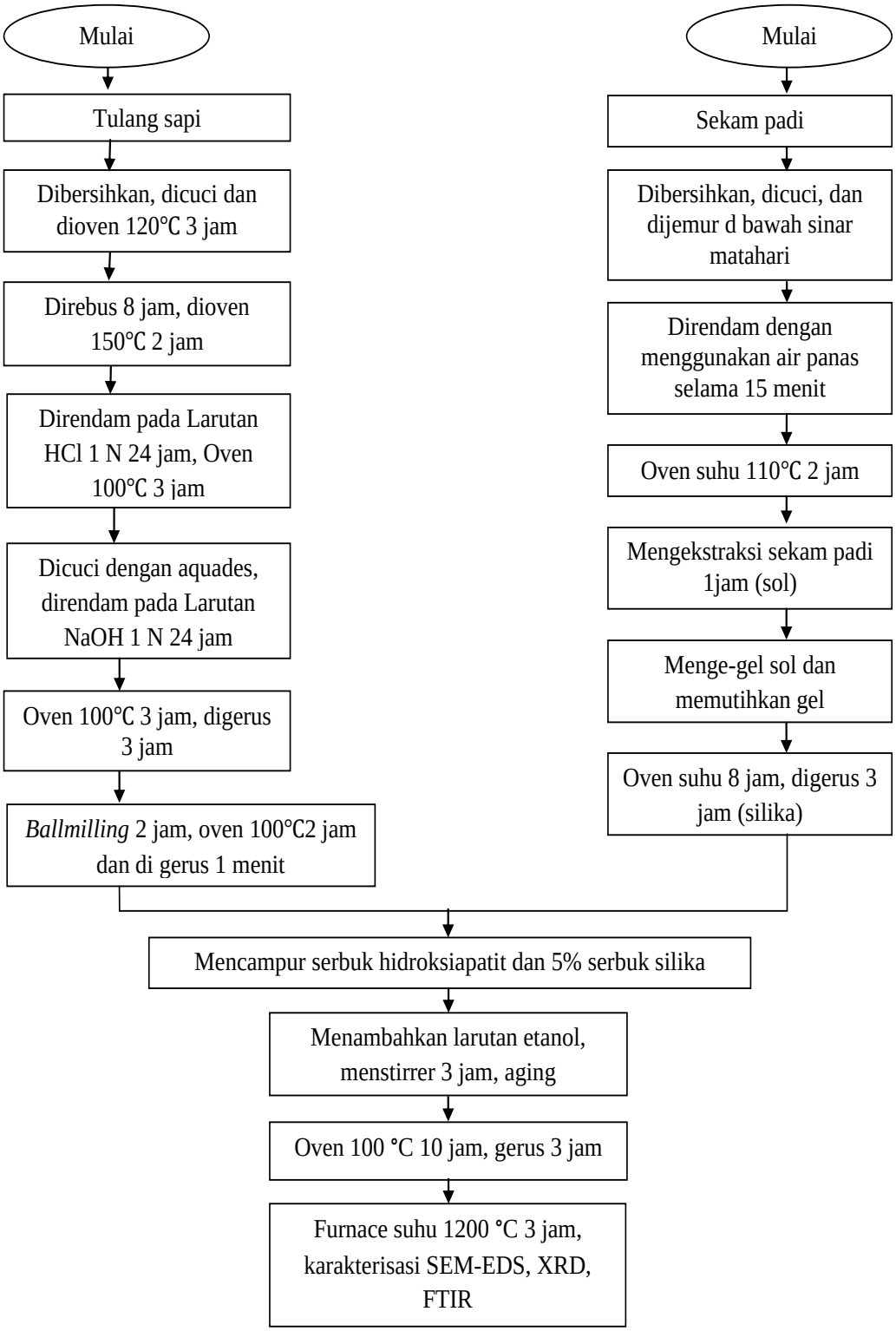
Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur hidroksiapatit. Langkah-langkah dalam proses SEM adalah:

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 electron selama proses berlangsung.

2. Elektron ditembakkan dan akan melewati berbagai lensa yang ada menuju kesatu titik di sampel.
3. Sinar electron tersebut akan dipantulkan kedetektor lalu ke amplifier untuk memperkuat signal sebelum masuk ke computer untuk menampilkan gambar atau *image* yang diinginkan.

H. Diagram Alir

Adapun diagram alir penelitian preparasi dan karakterisasi komposit hidroksiapatit-silika 5% yang berbahan dasar tulang sapi dan sekam padi dapat dilihat pada gambar 3.1 di bawah ini:



Gambar 6. Diagram alir penelitian.