

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Pengumpulan Data

Pada penelitian ini variabel bebas, terikat, dan kontrol adalah sebagai berikut :

- Variabel Bebas

Variabel independen adalah variabel yang ditetapkan oleh peneliti; nilai dari variabel ini diubah atau disesuaikan sesuai dengan metode tertentu untuk menganalisis pengaruhnya terhadap variabel dependen dalam sebuah studi. Dalam penelitian ini, variabel dependen yang dipakai adalah daya dan lama pemanasan yang dilakukan dengan microwave. Daya yang diterapkan adalah 450 watt, dengan waktu pemanasan selama lima menit.

- Variabel Terikat

Variabel yang dipengaruhi adalah variabel yang nilainya ditentukan oleh variabel independen dan hanya dapat diukur setelah penelitian diselesaikan. Nilai dari variabel yang dipengaruhi akan berfluktuasi seiring dengan perubahan pada variabel independen, asalkan ada hubungan di antara keduanya. Dalam studi ini, variabel yang dipengaruhi yang diperhatikan meliputi fase kristal, persentase kristal, ukuran kristal, ikatan kimia, serta morfologi sampel pada setiap tahap yang dilakukan.

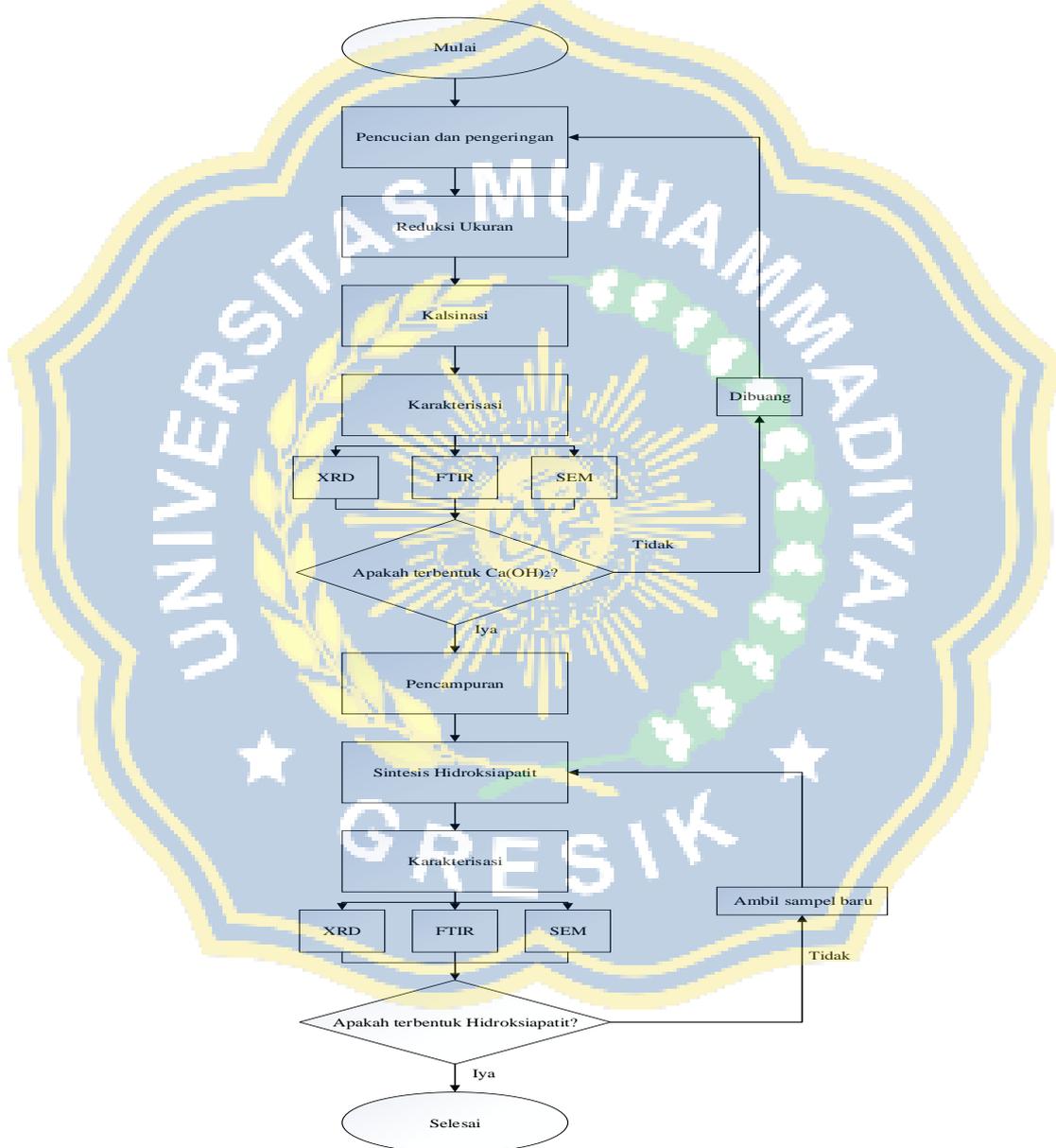
- Variable Kontrol

Variabel kontrol merujuk pada variabel yang dibiarkan tidak berubah untuk semua tindakan yang diterapkan dalam studi. Dalam penelitian ini, variabel pengendali terdiri dari cangkang kerang simping yang berfungsi sebagai bahan utama untuk sintesis hidroksiapatit. Cangkang kerang simping diproses melalui tahap kalsinasi dan sintesis hidroksiapatit. Bahan cangkang yang digunakan memiliki ukuran 200 mesh, kemudian dikalsinasi pada temperatur 900°C selama lima jam. Sintesis HAP dilaksanakan dengan mencampurkan 2,942 gram cangkang kerang yang telah dikalsinasi dan dilarutkan dalam 20 ml air suling. Larutan ini kemudian dicampur dengan 3,1568 gram larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> yang juga dilarutkan dalam 20 ml air suling, dengan laju tetesan sebesar 5 ml per

menit. Selama proses pencampuran prekursor, larutan diaduk pada kecepatan 200 rpm selama 10 menit. Perbandingan molar Ca/P dijaga pada angka 1,67.

### 3.2 Prosedur penelitian

Studi penelitian ini dilakukan di sebuah lab dengan tujuan untuk menemukan atau memperluas pengetahuan yang telah ada. Proses pembuatan hidroksiapatit yang dilaksanakan dijelaskan dalam Gambar 3.1.



Gambar 3 1 Set-up sintesis hidroksiapatit

### 3.2.1 Reduksi ukuran

Cangkang kerang simping yang telah dibersihkan dan dikeringkan akan dihancurkan menggunakan blender hingga ukurannya lebih kecil. Serbuk hasil penghancuran tersebut kemudian disaring menggunakan *mesh* dengan ukuran 200.

### 3.2.2 Kalsinasi

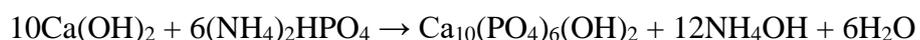
Ada 3 fasa kristal *calsit*, *vaterite* dan *aragonite* pada serbuk cangkang kerang simping kemudian dikalsinasi memanfaatkan alat Furnace Chamber Thermolyne F610 pada temperatur 900o selama 5 jam untuk menyingkirkan senyawa organik yang ada di dalamnya. Setelah tahap ini, cangkang kerang simping menunjukkan adanya fasa porlandit. Proses kalsinasi seperti yang ditunjukkan dalam persamaan reaksi berikut ini.



Proses kalsinasi serbuk cangkang kerang simping Menghasilkan bahan organik yang terdapat dalam kulit dihilangkan selama proses pengeringan panas berlangsung, sehingga kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) berubah menjadi kalsium hidroksid Ca(OH)<sub>2</sub>.

### 3.2.3 Sintesis hidroksiapatit

Sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mengombinasikan bubuk dari cangkang kerang simping yang telah melalui proses kalsinasi bersama larutan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> menggunakan metode titrasi. Proses pencampuran ini dilakukan secara bertahap dengan kecepatan 5 ml setiap menit, sambil memastikan rasio molar Ca/P tetap di 1,67. Pencampuran berlangsung dalam cawan porselen selama 2,5 menit dengan kekuatan 450 watt. Setelah tahap ini selesai, dilakukan proses pemurnian untuk memisahkan hidroksiapatit dari sisa reaktan dan air, agar produk yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang lebih baik untuk analisis lanjutan. Proses pemurnian dilakukan dengan menyaring campuran menggunakan kertas saring dan pompa vakum. Endapan yang diperoleh selanjutnya dikeringkan pada suhu 110°C selama 2 jam. Reaksi kimia yang berlangsung adalah sebagai berikut:



Produk hidroksiapatit yang dihasilkan dianalisis menggunakan teknik XRD, FTIR, dan SEM untuk mengevaluasi perubahan dalam komposisi kimia dan fase kristal dari bubuk hidroksiapatit:

1. **XRD (X-Ray Diffraction):** Pengujian dilakukan menggunakan perangkat difraktometer Shimadzu XRD-7000 yang memanfaatkan radiasi Cu pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Sampel dianalisa dalam rentang sudut ( $2\theta$ ) dari  $2^\circ$  sampai  $80^\circ$ . Proses ini dilaksanakan di Laboratorium Divisi Karakterisasi Material Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS.
2. **FTIR (Fourier Transform Infrared):** Pengujian dilaksanakan menggunakan alat Frontier FTIR 96681 dari PerkinElmer dengan rentang panjang gelombang  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ . Penelitian juga dilakukan di laboratorium yang sama.
3. **SEM (Scanning Electron Microscope):** Pengujian dilaksanakan dengan menggunakan SEM JEOL model 6510 LA berenergi  $0 - 20 \text{ keV}$  dan magnifikasi 500x, 1000x, 5000x, serta 10.000x. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Divisi Karakterisasi Material Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS.

### 3.3 Pengujian Penelitian

Karakterisasi hidroksiapatit merupakan proses untuk menganalisis ciri-ciri hidroksiapatit yang dibuat dengan memanfaatkan metode XRD, SEM, dan FTIR. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Divisi Karakterisasi Material, Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS, guna mendapatkan data menyeluruh tentang atribut hidroksiapatit yang dihasilkan.

#### 3.3.1 Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

Difraktometer sinar-X (XRD) merupakan alat yang dipakai untuk meneliti fase dan struktur kristal pada suatu material, baik yang bersifat kristalin maupun non-kristalin. Beberapa bagian utama dari alat ini terdiri dari sumber sinar-X, kolimator, slit divergen, holder sampel, goniometer, filter, monokromator, dan detektor. Dalam studi ini, perangkat XRD yang digunakan adalah Shimadzu XRD-7000 dengan sumber sinar  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda=1.54056$ ). Sampel seberat 1 gram diletakkan dalam holder berukuran  $2 \times 2 \text{ cm}^2$ . Pengujian dimulai pada sudut  $20^\circ$  dan berakhir pada  $80^\circ$ , dengan kecepatan pemindaian  $2^\circ$  per menit. Proses identifikasi fase

dilakukan dengan membandingkan pola difraksi yang diperoleh dengan data dari Crystallography Open Database (COD). Data XRD digunakan untuk menghitung ukuran kristal dan persentase kristalinitas (%W). Hasil dari pengujian XRD selanjutnya dianalisis menggunakan perangkat lunak High Score Plus untuk mengetahui jenis kristal dan persentase kristalinitas dari sampel yang diuji.

### **3.3.2 Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)**

Karakteristik permukaan hidroksiapatit yang dibuat dari bahan cangkang kerang simping dianalisis menggunakan SEM di Laboratorium Divisi Karakterisasi Material Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS. Analisis dilakukan pada pembesaran 3000x, 10000x, dan 20000x. Hasil gambar pemantauan SEM kemudian dibandingkan dengan referensi jurnal untuk mengetahui karakteristik hidroksiapatit yang dihasilkan dari cangkang kerang simping.

### **3.3.3 Pengujian *Fourier Transform Infrared* (FTIR)**

FTIR merupakan instrumen yang dipakai untuk menganalisis bahan kimia, di mana spektrum inframerah yang dihasilkan dapat memberikan wawasan mengenai struktur molekul dari bahan tersebut. Spektrum IR diperoleh melalui pengukuran penyerapan, refleksi, atau emisi radiasi dalam wilayah inframerah. Pengujian FTIR dilakukan untuk memastikan adanya hidroksiapatit (HAp) dalam sampel yang dianalisis. Proses pengujian FTIR ini dilakukan di Laboratorium Divisi Karakterisasi Material Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS.