

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Pengumpulan Data

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

- Variabel Bebas

Variabel Bebas merupakan variabel yang besarnya ditentukan oleh peneliti dan harganya akan diubah dengan metode tertentu untuk mendapatkan nilai variabel terikat dari obyek penelitian sehingga diperoleh hubungan diantara keduanya. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah pengaruh daya dan waktu sintesis menggunakan microwave. Daya yang digunakan pada microwave adalah 900 watt dengan waktu penahanan selama 2.5 menit.

- Variabel Terikat

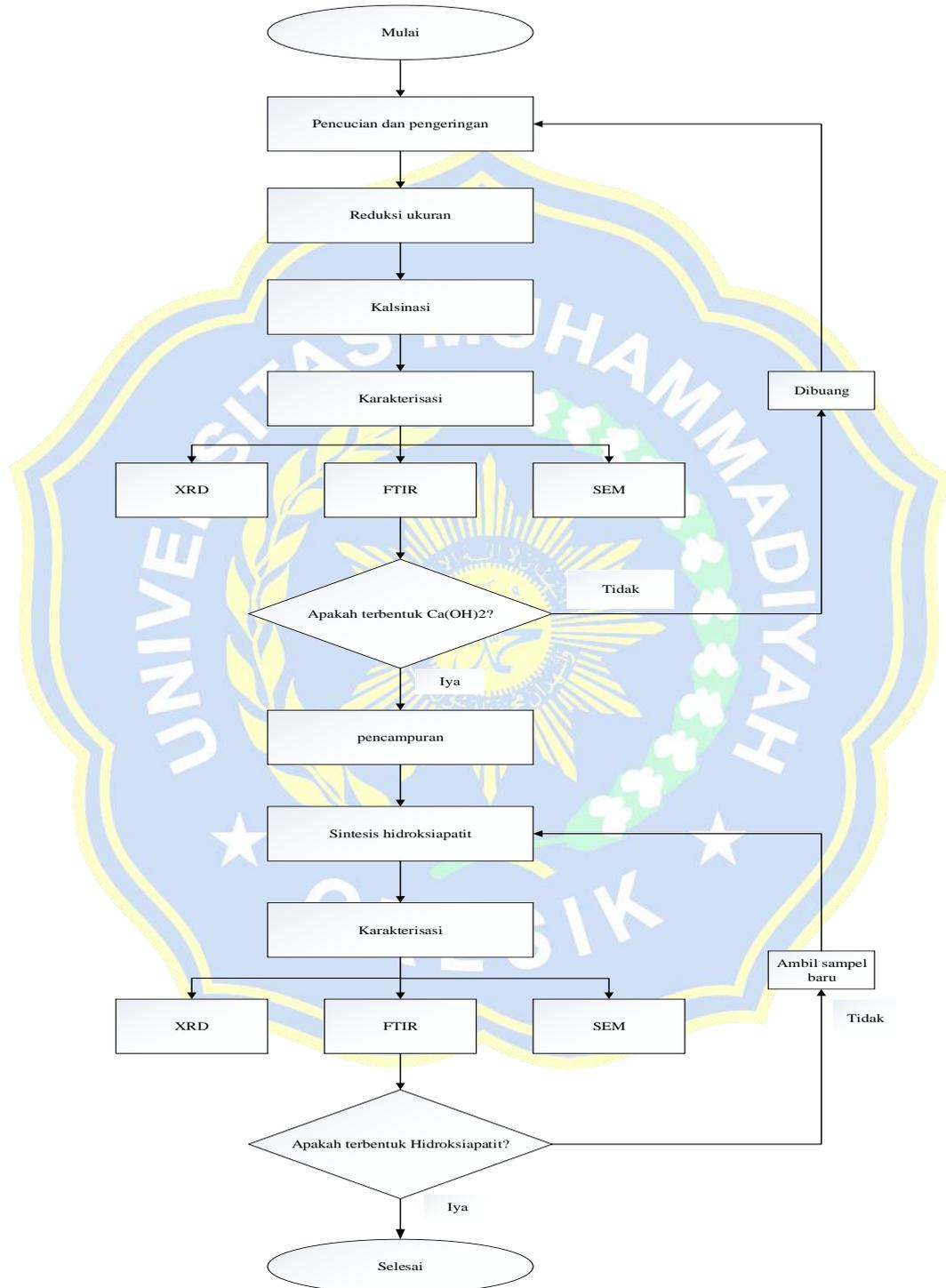
Variabel Terikat merupakan variabel yang nilainya tergantung pada variabel bebas dan diketahui setelah penelitian dilakukan. Besarnya variabel terikat dapat berubah sesuai dengan perubahan variabel bebas jika keduanya terdapat hubungan secara langsung. Dalam penelitian kali ini variabel terikat yang diamati adalah fasa kristal, persentase kristal, ukuran kristal, ikatan kimia, dan morfologi hidroksiapatit yang dihasilkan.

- Variable Kontrol

Variabel kontrol adalah variabel yang dibuat sama untuk semua perlakuan. Pada penelitian ini variabel kontrol yang ditetapkan diantaranya adalah cangkang kerang simping sebagai bahan baku utama sintesis HAp. Cangkang kerang simping melewati proses sintesis kalsinasi dan HAp. Material cangkang kerang simping berukuran 200 mesh kemudian dikalsinasi pada suhu 900°C selama 5 jam. Reaksi sintesis HAp ditetapkan dengan mencampurkan cangkang kerang simping hasil kalsinasi dengan massa 2.942 gram yang telah dilarutkan dengan 20 ml aquades. Kemudian larutan diteteskan dengan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> dengan massa 3.1568 gram yang telah dilarutkan 20 ml aquades dengan kecepatan 5 ml/menit. Dilakukan pengadukan dengan kecepatan 200 rpm saat pencampuran prekursor selama 10 menit. Perhitungan rasio molar Ca/P dijaga 1.67.

### 3.2 Prosedur penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam lingkungan yang terkendali dengan tujuan untuk memperoleh atau meningkatkan pengetahuan yang telah ada. Gambar 3.22 menggambarkan berbagai tahap yang terlibat dalam sintesis hidroksiapatit.



**Gambar 3.22** Set-up sintesis hidroksiapatit

### 1.2.1 Reduksi ukuran

Cangkang kerang simping yang telah dibersihkan dan dikeringkan akan diperkecil ukurannya menggunakan blender. Cangkang kerang hijau yang telah diperkecil ukurannya diolah menjadi serbuk, lalu disaring dengan menggunakan *mesh* berukuran 200.

### 1.2.2 Kalsinasi

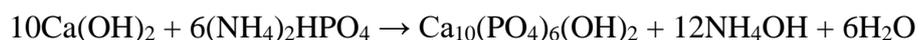
Cangkang kerang simping yang belum diproses terdiri dari tiga fase kristal, yaitu *calcite*, *vaterite*, dan *aragonite*, dengan rumus kimia  $\text{CaCO}_3$ . Selanjutnya, serbuk cangkang kerang simping mengalami proses kalsinasi menggunakan mesin *Furnace Chamber Thermolyne F610* pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 5 jam, bertujuan untuk menghilangkan senyawa organik yang terdapat dalam cangkang kerang simping. Setelah melalui proses kalsinasi, serbuk cangkang kerang simping menunjukkan adanya fasa tambahan, yaitu fasa *portlandite*  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Proses kalsinasi dapat dijelaskan melalui persamaan reaksi berikut ini.



Proses kalsinasi serbuk cangkang kerang simping mengakibatkan penghilangan komponen organik yang terdapat dalam cangkang selama berlangsungnya kalsinasi, sehingga kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) terdekomposisi menjadi kalsium hidroksida ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ).

### 1.2.3 Sintesis hidroksiapatit

Sintesis hidroksiapatit melibatkan kombinasi cermat bubuk cangkang kerang yang dikalsinasi dan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ , yang dilakukan melalui metode titrasi pada laju terkontrol 5 ml/menit, dengan mempertahankan rasio molar Ca/P sebesar 1,67. Prosedur amalgamasi dilakukan dalam bejana porselen, berlangsung selama 2,5 menit dengan daya keluaran 900 watt. Reaksi kimia selanjutnya berlangsung seperti yang dijelaskan di bawah ini:



Selain itu, prosedur pemurnian dilakukan untuk mengisolasi hidroksiapatit dari reaktan sisa dan air, memastikan bahwa produk yang dihasilkan memiliki kemurnian yang lebih tinggi dan sesuai untuk analisis selanjutnya. Proses pemurnian melibatkan penyaringan campuran hidroksiapatit secara cermat dari reaktan sisa, menggunakan kertas saring no. 42 bersama dengan pompa vakum.

Endapan yang dihasilkan mengalami pengeringan pada suhu 110°C selama dua jam.

Karakterisasi material hidroksiapatit dilakukan melalui teknik XRD, FTIR, dan SEM untuk menyelidiki perubahan komposisi kimia dan fase kristal bubuk hidroksiapatit. Pengujian XRD dilakukan dengan menggunakan difraktometer Shimadzu XRD-7000, dengan parameter operasional diatur ke radiasi Cu pada 40,0 kV dan 30 mA. Sampel menjalani analisis dalam rentang sudut ( $2\theta$ ) yang mencakup dari 2° hingga 80°. Analisis XRD dilakukan di Laboratorium Fisika UNNES. Pengujian FTIR dilakukan dengan menggunakan instrumen Frontier FTIR 96681 dari PerkinElmer, dengan fokus analisis pada rentang bilangan gelombang 4000 hingga 400  $\text{cm}^{-1}$ . Pengujian FTIR dilakukan di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Pengujian SEM dilakukan dengan menggunakan seri JEOL 6510 LA, yang memiliki rentang energi 0 hingga 20 keV, dengan pilihan perbesaran 5000x, 10000x, dan 15000x. Pemeriksaan dilakukan di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

### **3.3 Pengujian Penelitian**

Karakterisasi hidroksiapatit melibatkan pengamatan mendalam terhadap sifat-sifat hidroksiapatit yang dihasilkan, melalui serangkaian pengujian seperti XRD, SEM, dan FTIR. Untuk memperoleh karakteristik hidroksiapatit, pengujian dilaksanakan di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

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

Difraktometer sinar-X, yang biasa disebut XRD, berfungsi sebagai instrumen canggih yang dirancang untuk menjelaskan karakteristik fase dan struktur kristal berbagai bahan, yang meliputi bentuk kristal dan non-kristal. Komponen yang terkait dengan peralatan XRD meliputi sumber sinar-X, kolimator (celah tunggal), celah divergen, tempat sampel, goniometer, filter, monokromator, dan detektor. Instrumen yang digunakan untuk analisis difraksi sinar-X adalah Shimadzu XRD-7000, yang memanfaatkan sumber target  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1,54056$ ). Sampel seberat 1 gram disiapkan dengan cermat dan kemudian diposisikan dalam tempat yang berukuran (2 x 2)  $\text{cm}^2$  pada difraktometer. Pengukuran dimulai pada sudut 20° dan berakhir pada sudut 80°, dengan kecepatan 2° per menit. Identifikasi fase melibatkan perbandingan pola difraksi yang diperoleh dari sampel dengan data

yang ada di Crystallography Open Database (COD). Data XRD berfungsi sebagai alat untuk memeriksa dimensi kristal dan mengukur persentase kristalinitas (%W). Data yang diperoleh dari pengujian XRD akan dianalisis melalui Perangkat Lunak High Score Plus, yang memudahkan identifikasi struktur kristal dan persentase kristalinitas yang ada dalam sampel yang diperiksa.

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

Karakteristik permukaan hidroksiapatit yang berasal dari bahan cangkang kerang diperiksa secara cermat menggunakan mikroskop elektron pemindaian di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Pengamatan dilakukan pada perbesaran 3000x, 10000x, dan 20000x. Gambar SEM yang diperoleh kemudian diperiksa dan disandingkan dengan referensi jurnal untuk mengetahui karakteristik hidroksiapatit yang bersumber dari cangkang kerang.

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

FTIR berfungsi sebagai alat canggih untuk memeriksa komposisi rumit senyawa kimia. Spektrum inframerah suatu senyawa mengungkap detail rumit dan arsitektur molekul yang dicakupnya. Spektrum inframerah diperoleh melalui penilaian penyerapan radiasi, refleksi, atau emisi dalam spektrum inframerah. Pengujian FTIR dilakukan untuk memverifikasi keberadaan hidroksiapatit dalam sampel penelitian yang dikumpulkan. Pengujian FTIR dilakukan di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember.