

## BAB 4

### METODE PENELITIAN

#### 4.1 Bahan penelitian

Bahan penelitian meliputi:

1. Kulit kerang darah sebagai sumber kalsium oksida (CaO), diperoleh dari salah satu restoran yang ada di Pekanbaru.
2. Diammonium hidrogen fosfat (Merck, Jerman) yang berfungsi sebagai sumber fospor.
3. Aquades yang diperoleh dari Laboratorium Teknik Kimia Universitas Riau.
4. Asam Nitrat (HNO<sub>3</sub>) digunakan untuk menurunkan pH.
5. Larutan amonia (NH<sub>4</sub>OH) digunakan untuk menaikkan pH.

#### 4.2 Alat yang digunakan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

1. *Furnace* (Nabertherm, Jerman), digunakan sebagai tempat proses kalsinasi.
2. *Oven* yang digunakan pada proses pengeringan.
3. *Hot plate* sebagai alat pemanas selama proses sintesis.
4. *Stirrer* berfungsi sebagai alat pengaduk.
5. Alat-alat gelas, contohnya gelas kimia, dan gelas ukur.
6. Termometer raksa untuk mengukur suhu.

#### 4.3 Variabel penelitian

Variabel penelitian yang akan dipelajari pada penelitian sintesis hidroksiapatit dengan metode hidothermal adalah waktu reaksi (4 – 6 jam), rasio Ca/P (0.67, 1.67, 2.67), suhu reaksi (70-90°C), suhu kalsinasi (700-1000°C), waktu kalsinasi (0.5 – 1.5 jam), kecepatan pengadukan (200 – 300 rpm), pH (4, 6 dan 9). Variabel tetap adalah suhu pengeringan (120°C), waktu pengeringan (15 jam), ukuran CaO (-60+200 mesh).

#### 4.4 Prosedur penelitian

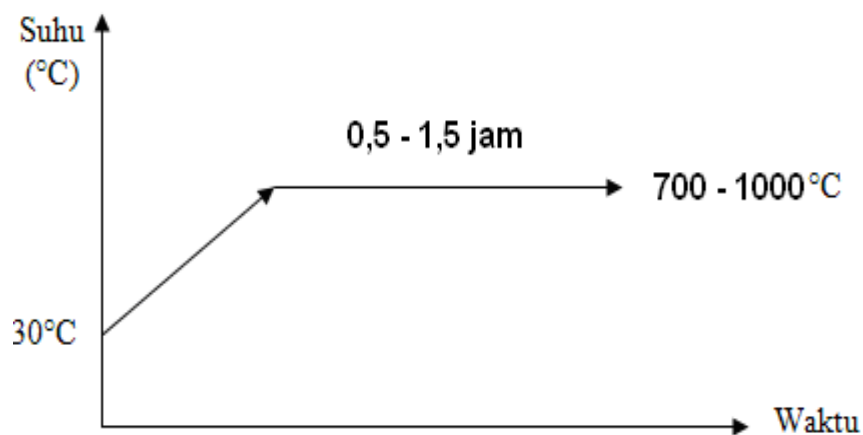
##### 4.4.1 Preparasi bahan baku

CaO yang digunakan adalah berasal dari kulit kerang. Preparasi kulit kerang diawali dengan pembersihan kulit kerang menggunakan pembersih berupa sikat, sabun

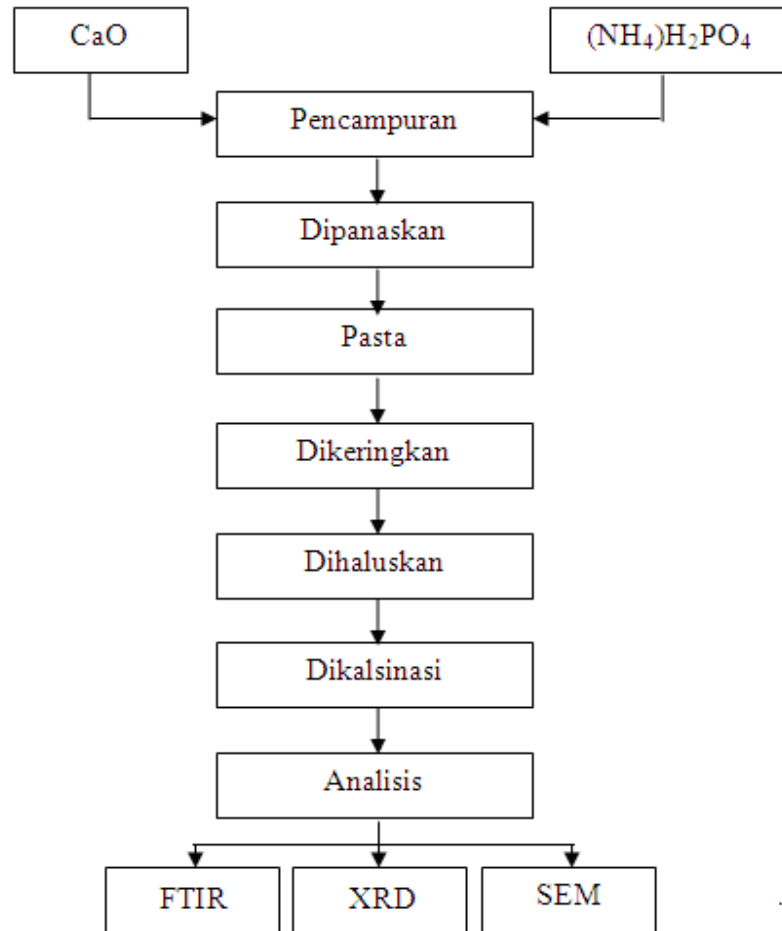
dan air untuk membersihkan kotoran yang melekat pada kulit kerang. Kemudian kulit kerang dikeringkan di udara terbuka selama 24 jam, lalu ditumbuk menggunakan lesung hingga berbentuk serbuk dan diayak dengan ayakan santan. Serbuk kulit kerang yang halus dikalsinasi di dalam *furnace* pada suhu 1000°C dengan kenaikan suhu 5°C/menit selama 24 jam. Hasil kalsinasi berupa serbuk, kemudian diuji dengan AAS untuk mengetahui kadar kalsium. Serbuk ini selanjutnya disebut CaO.

#### 4.4.2 Sintesis hidroksiapatit

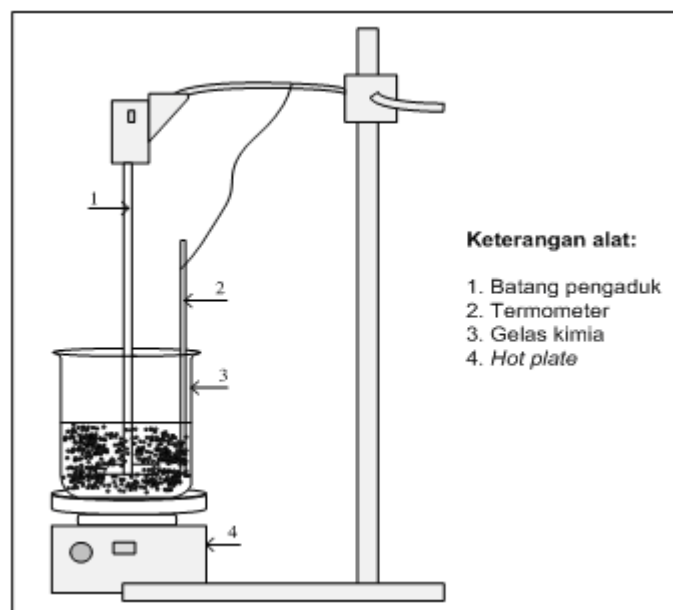
Sintesis hidroksiapatit dilakukan menggunakan metode hidrotermal suhu rendah yang merujuk pada penelitian Alqab dan Sopyan (2009). Proses diawali dengan cara mencampurkan 31,6 gram CaO, ammonium dihidrogen fosfat ((NH<sub>4</sub>)H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) dengan perbandingan rasio Ca/P yang ditentukan (0,67; 1,67; 2,67) serta aquades sebanyak 600 mL didalam gelas kimia 1000 mL. Lalu pH campuran tersebut diatur sesuai dengan yang telah ditentukan (4, 6, 9) dengan penambahan HNO<sub>3</sub> ataupun NH<sub>4</sub>OH. Campuran tersebut dipanaskan pada suhu 70-90°C sambil diaduk dengan kecepatan 200-300 rpm selama 2; 2,5; 3; 3,5 dan 4 jam. Hasil sintesis berupa *slurry*, selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 120°C selama 15 jam. Sampel hasil *pengeringan* pada oven dihancurkan hingga halus dengan lumpang dan dikalsinasi pada suhu 900°C dengan laju pemanasan 10°C/menit selama 0,5 – 1,5 jam. Proses kalsinasi akan dilakukan dilakukan pada temperatur 700°C hingga 1000°C dengan waktu tinggal 60 menit hingga 180 menit. Siklus temperatur kalsinasi dapat dilihat pada gambar 4.1. Sedangkan diagram alir prosedur dan rangkaian alat pada penelitian dapat dilihat pada gambar 4.2 dan 4.3.



Gambar 4.1 Siklus temperatur kalsinasi



**Gambar 4.2** Diagram alir sintesis hidroksiapatit menggunakan metode hidrothermal suhu rendah



**Gambar 4.3** Rangkaian alat sintesis hidroksiapatit

#### 4.4.3 Analisa hasil

Setelah didapatkan hasil berupa bubuk hidroksiapatit, dilakukan pengujian yang dilakukan di Laboratorium FMIPA-Biologi Universitas Negeri Padang antara lain XRD, SEM dan FTIR. Pengujian berupa Difraksi Sinar-X (XRD) bertujuan untuk melihat struktur kimia, kristalinitas dan ukuran kristal yang terdapat didalam sampel.

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) berfungsi untuk mengetahui morfologi sampel. Morfologi merupakan bentuk atau keadaan permukaan suatu material. Hasil SEM dapat menunjukkan ukuran dan bentuk pori pada sampel.

FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) berfungsi untuk mendeteksi gugus yang spesifik pada sampel produk. Metode ini didasarkan pada interaksi antara radiasi infra merah dengan bahan.

