

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Tempat pelaksanaan penelitian :

1. Laboratorium fisika material Departemen Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
2. Laboratorium Fisika Bahan Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Sepuluh November Surabaya untuk *search match* dan pemilihan ICSD. Waktu pelaksanaan penelitian antara bulan Juli 2011 sampai dengan bulan Desember 2011.

3.2 Bahasan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan-bahan penelitian

- Bubuk *Zinc Oxide cemen* nanopartikel
- Cairan *Eugenol*

3.2.2 Peralatan Penelitian

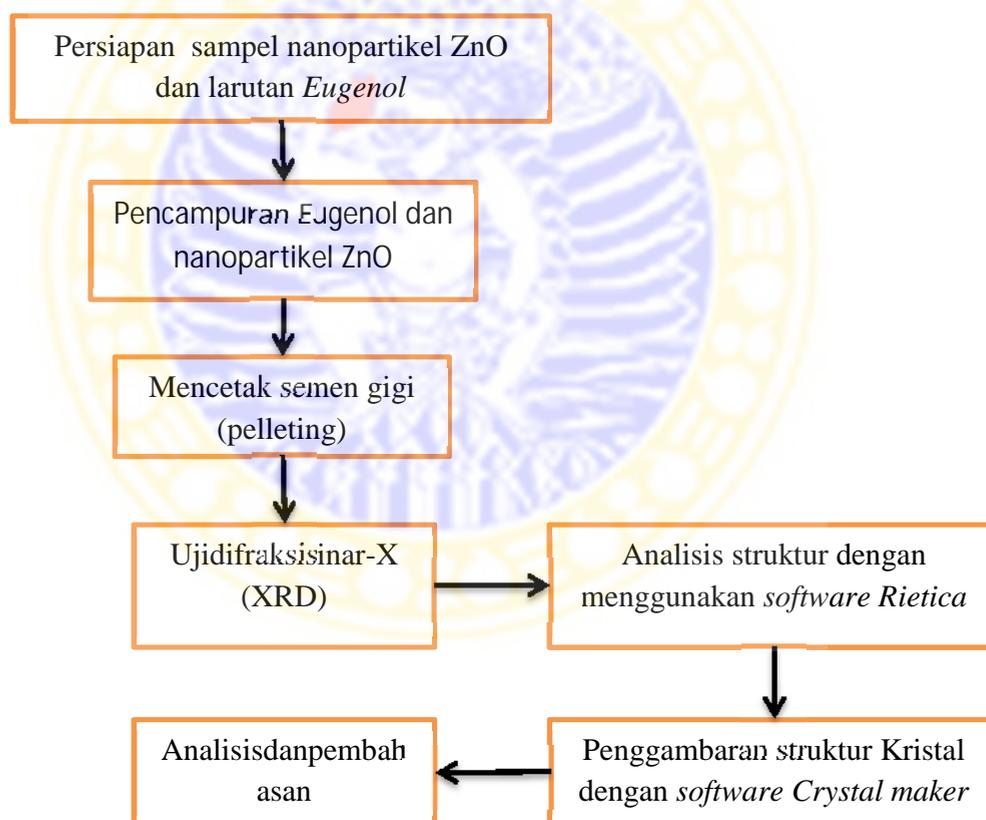
Peralatan yang digunakan untuk keperluan penelitian ini adalah:

- *Glass mixing slab*
- *Stainless steel spatula*
- *Plastic Filling Instrument*
- *Plugger Cement*
- Neraca Analitik

- Pipet tetes
- Jangkasorong
- Difraktometersinar-X (XRD)
- Perangkat lunak (*software*) Rietica, untuk analisis Rietveld
- *Software* Crystal Maker, untuk struktur tiga dimensi Kristal

3.3 Prosedur Penelitian

Secara umum prosedur penelitian adalah



Gambar 3.1 Skema pelaksanaan kegiatan penelitian

3.3.1 Persiapan Sampel

Zinc Oxide Eugenol Cement dibuat dari pencampuran bubuk *Zinc Oxide* dan cairan eugenol. Bubuk dan cairan dicampur secara manual sampai homogeny dengan menggunakan spatula pada kertas aduk. Setelah sampel homogeny maka dilakukan pencetakan sampel menggunakan cetakan sesuai dengan kebutuhan uji dan karakterisasi yang akan dilakukan. Apabila alat dan bahan sudah disiapkan, maka langkah selanjutnya adalah membuat sampel semen gigi.

3.3.2 Pembuatan Sampel

- Setelah semua alat dan bahan disiapkan, akan dilakukan pembuatan sampel uji. Pada tahap pertama kita akan membuat campuran dari nanopartikel semen seng oksida (*nanoparticle of Zinc Oxide*) dan cairan eugenol (*Eugenol cement*). Pada penelitian ini sampel dibuat dengan perbandingan antara bubuk dan cairan sesuai dengan standar pabrik seperti pada tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi sampel

No.	Jenis Sampel	Bubuk nano <i>zinc oxide</i> (gr)	Cairan <i>eugenol</i> (tetes)
1.	A	16	2
2.	B	14	2
3.	C	12	2
4.	D	10	2
5.	E	8	2

- Dari perbandingan komposisi di atas, akan dibuat semen *zinc oxide eugenol* dalam bentuk nanopartikel. Langkah yang akan digunakan untuk pencampuran keduanya adalah dengan mencampur bubuk nano *zinc oxide* dan cairan *eugenol* yaitu sebagai berikut:

1. Cincin Logam atau pipa PVC dengan :

- Tebal 4mm dan diameter 8mm untuk uji kekerasan.
- Tebal 15mm dan diameter 8mm untuk uji kekuatan tekan dan kerapatan.
- Tebal maksimal 12 mm, diameter maksimal 75 mm untuk uji SEM, makin kecil lebih baik.
- Dilekatkan di atas kaca dengan malam merah.

2. Perbandingan bubuk dan cairan sesuai dengan tabel 3.1

3. Cairan eugenol sebanyak 2 tetes dicampurkan dengan masing-masing komposisi bubuk zinc oxide. Diaduk berputar searah jarum jam secara manual selama 4-10 menit.

4. Jika sudah berbentuk pasta kental, dimasukkan kedalam cetakan cincin logam atau pipa PVC sesuai dengan ukuran yang sudah ditentukan. Setelah melekat di atas *mixing slab* sampai berlebih, ratakan dengan *spatula cement* atau *plastic filling instrument*. Segera sentuh permukaan pasta dengan ujung batang akrilik. Setelah ujung batang akrilik kontak dengan permukaan pasta *zinc oxide eugenol*, segera tarik dan bersihkan pasta yang melekat dengan kertas tissue. Sentuhan berikutnya dilakukan dengan interval waktu 10 detik dengan ujung lain (Prang, 2008).

5. Suhu ruangan saat penelitian 30-37°C.

6. *Setting time* pasta *zinc oxide eugenol* dihitung sejak mulai pencampuran bubuk dengan cairan sampai pasta tidak melekat pada ujung batang akrilik.

7. Penelitian ini dilaksanakan dengan bantuan seorang rekan untuk mengontrol stopwatch dan mencetak *setting time zinc oxide eugenol*

3.3.3 Karakterisasi

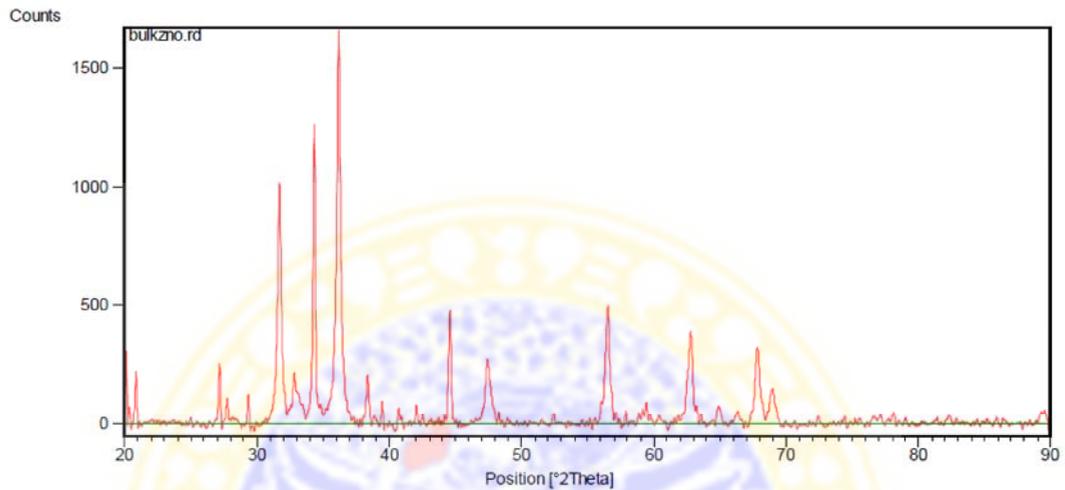
Karakterisasi sampel yang terbentuk untuk mengetahui struktur kristal semengigi sebelum maupun setelah penambahan tetapan dari larutan eugenol pada masing-masing sampel, dimana dilakukan uji difraksi sinar-X (XRD).

1. Uji Difraksi Sinar-X (XRD)

Pengukuran difraksi sinar-X (XRD) bertujuan untuk mengetahui komposisi bahan pembentuk sampel, serta untuk menentukan struktur kristal bahan berdasarkan identifikasi intensitas sinar-X yang dihasilkan. Karakterisasi ini dilakukan pada sampel yang telah dihaluskan, sampel diletakkan pada tempat berbentuk balok, setelah itu sampel diletakkan pada alat karakterisasi. Pola difraksi berupa spektrum hasil karakterisasi XRD memberi informasi mengenai sudut terjadinya difraksi pada atom bahan pada sumbu horisontal dan besar intensitas yang dihasilkan pada sumbu vertikal. Hasil karakterisasi dari sampel tersaji dalam bentuk kurva intensitas sinar-X. Dari grafik difokuskan analisis pada puncak yang paling dominan.

Selanjutnya dari data XRD dilakukan *search match* dan perhitungan fraksi volume sebagai berikut. *Search match* dilakukan dari data XRD yang diperoleh dengan menggunakan program *Crystal Impact Analyst*. Sebagai masukannya data hasil XRD dengan ekstensi *.dat. Hasil *search match* berupa grafik dengan identifikasi fase dari senyawa-senyawa pada puncak-puncak intensitasnya yang selanjutnya digunakan untuk penentuan jenis puncak pada

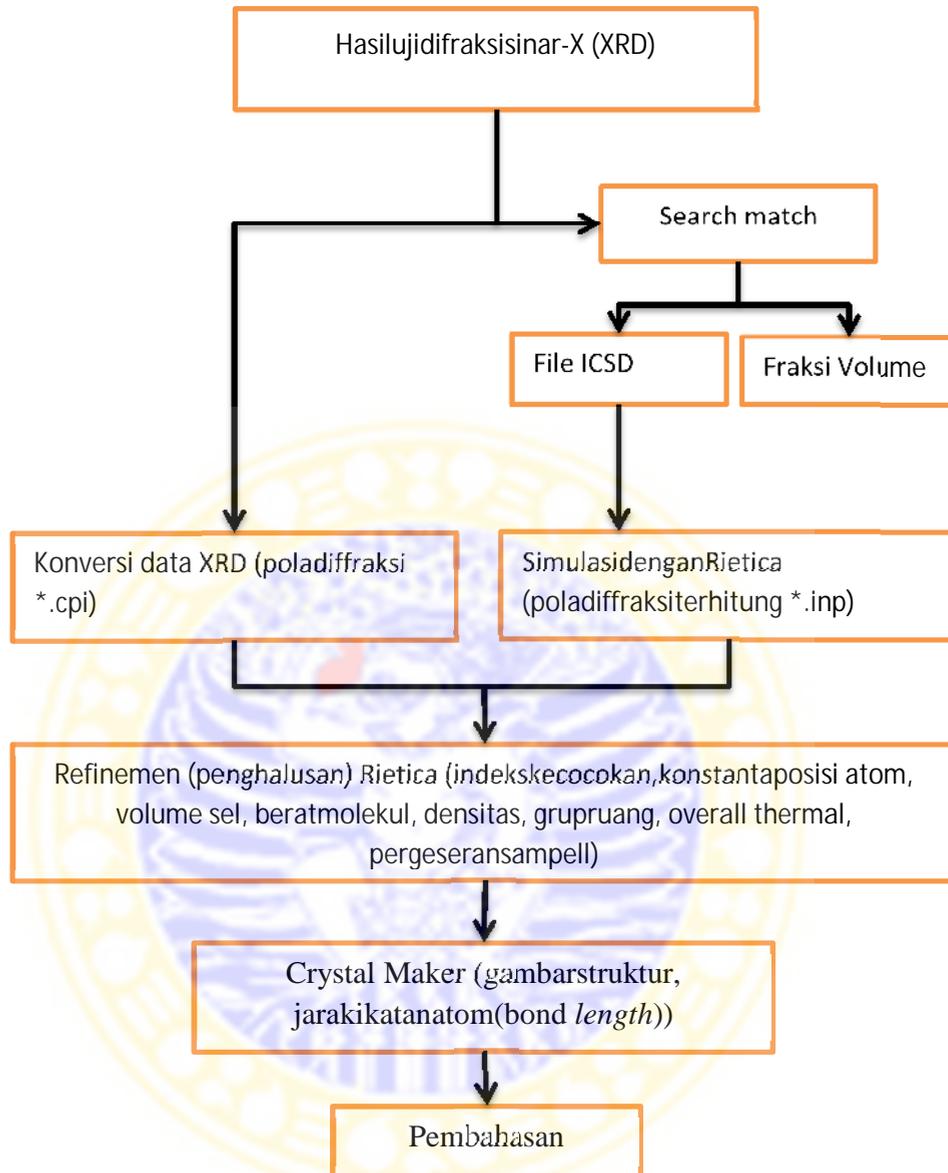
perhitungan fraksi volume masing-masing senyawa. Berikut merupakan contoh hasil uji XRD.



Gambar 3.2 contoh grafik hasil uji XRD

A. Analisis Data

Dari hasil uji difraksi sinar-X (XRD) selanjutnya dilakukan analisis data dengan tahap-tahap yang dapat digambarkan dalam diagram alir prosedur analisis sampel. Skema pelaksanaan penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.3.

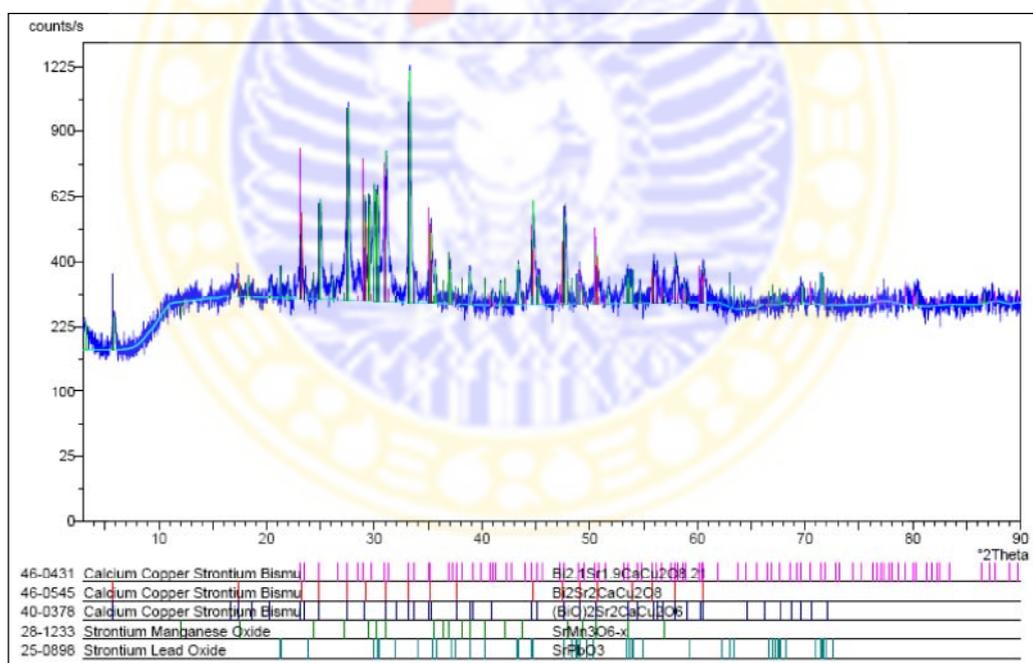


Gambar 3.3 Alir prosedur analisis sampel

i. *Search Match*

Dari data difraksi sinar-X (XRD) dilakukan pencocokan dengan data standar yang sudah ada (*search match*). Proses *search match* dilakukan dengan mengoperasikan *Software Philips Expert Graphic & identify* di laboratorium

fisika material ITS. Sebagaimana sudah diuraikan sebelumnya, data hasil XRD dengan ekstensi *.dat yang sudah dikonversi terlebih dahulu dengan *software* ConvX-XRD file *Conversion* menjadi file dengan ekstensi *.rd. Hasil *searchmatch* berupa grafik dengan identifikasi fase dari senyawa-senyawa pada puncak-puncaknya sehingga sampel semen gigi dapat diketahui komposisi fasanya, dilanjutkan dengan penentuan jenis puncak pada perhitungan fraksi volume dan penentuan file ICSD sebagai masukan proses *refinement* menggunakan *rietica* untuk mendapatkan pola difraksi terhitung. Berikut merupakan contoh hasil *search match*.



Gambar 3.4 contoh hasil *search match*

1. Perhitungan Fraksi Volume (F_v)

Hasil search match menunjukkan puncak-puncak difraksi yang disesuaikan dengan komposisi bahan sehingga dapat diestimasi besarnya fraksi volume fase tertentu. Fraksi volume yang terbentuk diestimasi menurut persamaan :

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}}$$

$I(f_n)$ adalah intensitas fase-n yang ditinjau, dan I_{total} adalah intensitas keseluruhan dari data difraksi sinar-X yang dihasilkan.

2. Penentuan File ICSD

Hasil search match digunakan sebagai pedoman dalam pemilihan data ICSD yang tepat. Data ICSD dipilih berdasarkan senyawa dengan fase dominan yang menempati puncak-puncak difraksi hasil search match (ditunjukkan dengan garis-garis yang berwarna yang memiliki singgungan terbanyak dengan puncak difraksi pada grafik), dipilih yang memiliki stoikiometri yang cocok dengan data ICSD. Data ICSD digunakan sebagai masukan untuk pola difraksi terhitung pada proses *refinement Rietica*.

ii. Penyusunan poladifraksiterukur (*.cpi)

Menggunakan data XRD dengan file tittle 'TXT' dikonversi dengan *software convX-XRD File Conversion* menjadi file dengan ekstensi *.txt. File hasil konversi ini selanjutnya dikonversi lagi menjadi file dengan ekstensi

*.cpi. File *.cpi inilah yang merupakan file pola difraksi terukur sebagai masukan untuk *refinement* Rietica selanjutnya.

iii. Penyusunan Pola Difraksi Terhitung (*.cpi)

Dari data ICSD digunakan dalam penyusunan pola difraksi terhitung (simulasi dengan Rietica). Masukan untuk penyusunan pola difraksi terhitung ini adalah parameter struktur Kristal (konstanta kisi, volume sel, grup ruang, nama-nama atom penyusunan, dan koordinat posisi atom) yang tercantum dalam ICSD. Pola difraksi terhitung disimpan dalam bentuk file dengan ekstensi *.inp.

iv. Penghalusan (*refinement*) Rietveld dengan software Rietica

Beberapa hasil yang dapat diperoleh dari penggunaan *software* ini yaitu gambar grafik *refinement* dari *fitting* (penocokan) pola difraksi data terhitung dan pola difraksi data terukur data, dan informasi keluaran (*Output Information*). Informasi keluaran berisi antara lain indeks kecocokan (*Figure of Merit*) dari pola difraksi terhitung (garis 'merah terhubung') dengan pola difraksi terukur (garis '+') yang ditunjukkan dengan χ^2 , R_{wp} , R_p dan R_{exp} . Parameter keluaran lainnya seperti konstanta kisi (*lattice constant*), posisi atom (x, y, z), overall thermal (B), volume sel (*cell volume*), berat molekul (*molecular weight*), densitas (*density*), pergeseran sampel (*sample displacement*), lebar dan tinggi puncak difraksi (*halfwidth* parameter : U, V, W) Bragg-R Factor, dan informasi-informasi kristalografi lainnya yang menjelaskan sifat fisis yang

terukur. Parameter U berhubungan dengan regangan Kristal sebagai adanya dinamika kisi dalam pendekatan makroskopik (seminar, 2004).

Tabel 3.3 tabel ompong Perbandingan parameter-parameter hasil refinemen dari masing-masing sampel

Parameter	ICSD	Sampel A	Sampel B	Sampel C	Sampel D	Sampel E
Fraksi volume (Fv)						
R_p						
R_{wp}						
R_{exp}						
χ^2 (GoF)						
Konstantakisi (lattice constant) : a = b c						
Bragg-R Factor						
Volume sel (cell volume)						
Berat molekul (molecular weight)						
Densitas (density)						
Pergeseran sampel (sample displacement)						
halfwidth parameters : U						

Perbandingan parameter untuk koordinat posisi atom (x, y, z) hasil keluaran *refinement* rietica dari sampel dengan koordinat posisi atom pada ICSD.

Table 3.2 Tabel Ompong perbandingan koordinat posisi atom dari data base (ICSD) dan sampel *zinc Oxide eugenol cement*

Atom	Koordinatposisi atom																	
	ICSD			Sanpel A			Sanpel B			Sanpel C			Sanpel D			Sanpel E		
	x	y	z	x	Y	Y	x	y	Z									
Zn																		
O																		

V. Penggambaran Struktur Kristal *Zinc Oxide Eugenol Cement* dengan Software Crystal Maker

Dengan menggunakan *software Crystal Maker* dapat digambarkan model struktur Kristal dari *Zinc Oxide Eugenol Cement*. Masukan utama dari *software Crystal Maker* ini adalah beberapa parameter dari informasi keluaran hasil *refinement* Rietica, yaitu ruang (*space group*), konstanta kisi, nama atom dan jenis ionnya, Wyckoff, koordinatposisi atom (x, y, z) dan overall thermall (B). Hasil keluaran *Crystal Maker* berupa gambar struktur Kristal dan jarak antar atom (*bond lenght*) dari sampel *Zinc Oxide Eugenol Cement*.

b. Jadwal kegiatan program

Kegiatan penelitian	Bulan Ke-					
	1	2	3	4	5	6
Studi pustaka						
Persiapan penelitian						
Pembuatan sampel						
Uji XRD						
Analisis data						
Penyusunan laporan						

c. Rencana anggaran penelitian

1. Pengadaan Bahan	
- Bubuk <i>zinc oxidenanopartikel</i>	Rp.200.000,-
- Cairan <i>eugenol</i>	Rp.100.000,-
2. Proses Pengujian	
- Difraktometer sinar-X (XRD) (5 kali)	Rp. 625.000,-
3. Penyusunan Skripsi	Rp. 300.000,-
4. Lain-lain	<u>Rp. 150.000,-</u>
Total	Rp. 1.175.000,-