

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Rancangan kegiatan penelitian ini dilaksanakan selama 6 bulan dimulai pada bulan agustus tahun 2011 sampai bulan Januari tahun 2012. Tempat penelitian dilaksanakan di Laboratorium Fisika Material Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, Laboratorium Kimia Organik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, Laboratorium Kimia Fisik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, Laboratorium Farmasetika Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, Laboratorium Dasar Bersama Fakultas Farmasi Universitas Airlangga dan Laboratorium Energi dan Rekayasa ITS.

3.2. Bahan dan Alat

3.2.1. Bahan Penelitian

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah serbuk nanopartikel hidroksiapatit (n-HAp), serbuk kitosan (CS), aquades, metanol, etanol absolut, asam asetat 2%, asam ortofosforik, dan gas nitrogen.

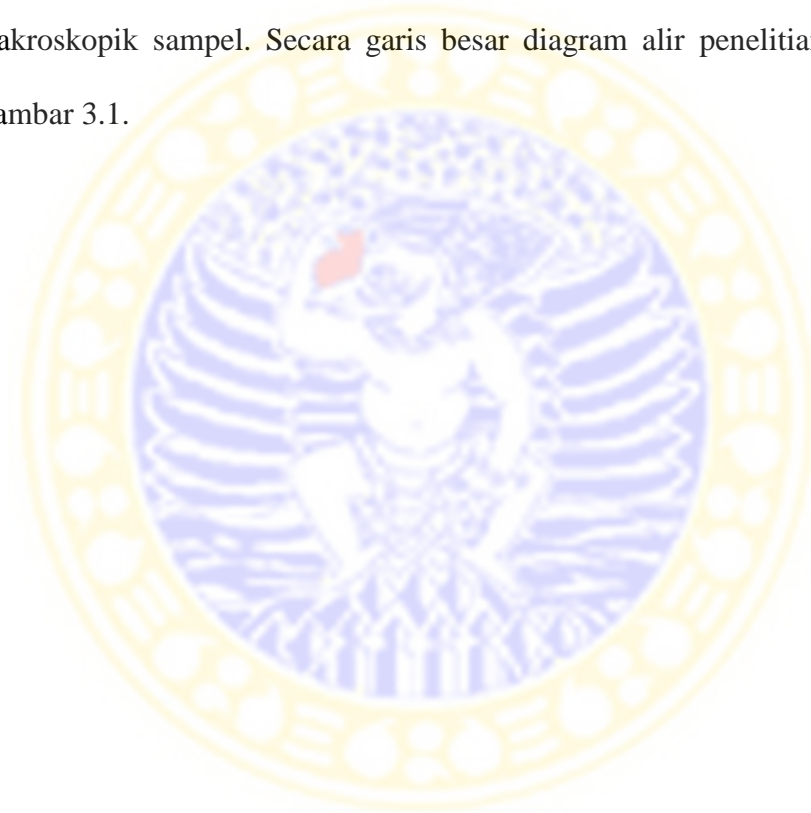
3.2.2. Alat Penelitian

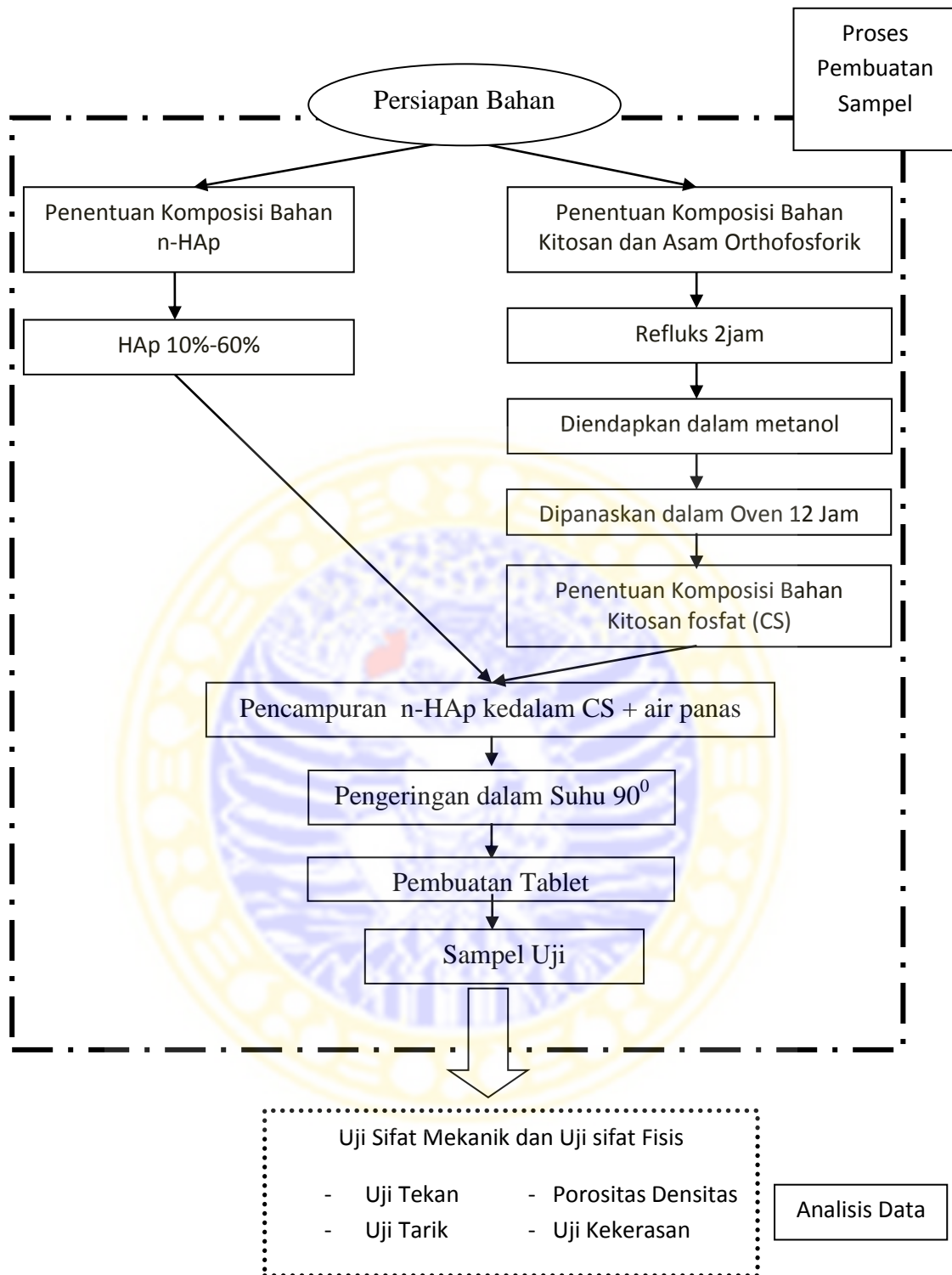
Alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari dua kelompok, yaitu peralatan untuk pembuatan sampel dan pengujian sampel. Peralatan untuk pembuatan sampel terdiri atas *magnetic stirrer*, termometer, gelas beker, pipet plastic, desikator, oven, gelas kimia, gelas petri, neraca analitik botol tiga leher, kondenser dan pencetak

tablet (granulator). Alat pengujian sampel yaitu *Autograph* untuk uji kekuatan tekan, kekuatan tarik dan *Vickers Hardness Test* untuk uji kekerasan.

3.3. Prosedur Penelitian

Ada 3 tahapan utama dalam penelitian ini, yaitu tahap pertama persiapan alat dan bahan, tahap kedua proses pembuatan sampel dan dan tahap ketiga karakteristik sifat makroskopik sampel. Secara garis besar diagram alir penelitian dapat dilihat pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.3.1. Tahap Persiapan Alat, Bahan dan Sintesis

Tahap awal dari penelitian ini adalah melakukan persiapan alat dan bahan. Alat yang digunakan meliputi *magnetic stirrer*, termometer, gelas beker, pipet plastik, desikator, oven, gelas kimia, gelas petri, dan neraca analitik, kondenser, botol tiga leher, semua alat ini bisa didapatkan di Laboratorium Fisika Material dan Laboratorium Kimia Organik Fakultas Sains dan Teknologi Unair.

Bahan yang digunakan terdiri dari serbuk kitosan, serbuk nanopartikel hidroksiapatit, aquades, metanol, asam fosfat, asam asetat, asam ortofosforik dan etanol yang bisa diperoleh dari toko kimia atau pemesanan pada toko online zigma.

Pada sintesis ini, akan dilakukan dua tahapan. Tahap pertama yaitu mempersiapkan sampel kitosan yang diperoleh dengan melarutkan 2 gram bubuk kitosan (kitosan dari kulit udang) dalam 100 ml asam asetat 2% dan 6 gram asam ortofosforik 85%. Campuran yang diperoleh dipanaskan dengan proses reflux menggunakan botol tiga leher, stirrer, kondenser, termometer dan gas nitrogen pada suhu 80°C selama 2 jam dan di bawah pengadukan konstan. Proses reflux merupakan gabungan antara proses pemanasan cairan dan pendinginan uap, tetapi kondensat yang terbentuk dikembalikan ke dalam labu didih. Hasil dari sintesis kemudian di dinginkan dan diendapkan dalam larutan metanol berlebih. Proses pengendapan dalam metanol merupakan proses pengendapan berulang untuk menghapus semua H₃PO₄ dan asam asetat yang tidak bereaksi (pada proses pengendapan kedua endapan gel di larutkan dalam aquades kemudian dalam larutan metanol berlebih). Gel yang

terbentuk di kumpulkan dan di keringkan dalam oven pada suhu 80°C selama lebih dari semalam.

Sedangkan tahap kedua adalah proses sintesis nano-komposit hidroksiapatit/kitosan (n-HAp/CS) dilakukan dengan metode pencampuran sederhana. Pertama, bubuk kitosan dilarutkan dalam air panas, dan kemudian nanopartikel hidroksiapatit di tambahkan secara perlahan-lahan. Enam sampel uji nano-komposit hidroksiapatit/kitosan (n-HAp/CS) dibuat dengan menambahkan partikel n-HAp masing-masing 10%, 20%, 30%, 40%, 50% dan 60% pada enam sampel uji larutan kitosan dengan menggunakan perbandingan variasi massa. Rumus umum yang digunakan dalam penentuan massa adalah :

$$\text{gram komposit} = \text{gram (n - HAp)} + \text{gram (CS)} \dots\dots\dots (3.1)$$

Campuran tersebut diaduk dengan bantuan *mechanical stirrer* dengan kecepatan 3000 rpm. Setelah semua nanopartikel hidroksiapatit di tambahkan ke dalam larutan polimer, solusi yang dihasilkan disimpan dalam desikator untuk menghilangkan gelembung-gelembung udara. Bubur yang di hasilkan dari proses tersebut kemudian di tuangkan ke dalam cawan petri dan di keringkan dalam oven pada suhu 90°C selama lebih dari semalam. Hasil akhir ini selanjutnya dilakukan pencetakan berbentuk tablet menggunakan alat granulator di Laboratorium Farmasetika Fakultas Farmasi Universitas Airlangga

Tabel 3.1. Variasi Komposisi Sintesis n-HAp/CS

Sampel	n-HAp (%)	n-HAp (gram)	Kitosan (gram)	Komposit n-HAp/CS (gram)
A	10	4	36	40
B	20	8	32	40
C	30	12	28	40
D	40	16	24	40
E	50	20	20	40
F	60	24	16	40

3.4. Uji Sifat Makroskopik Sampel n-HAp/CS

Tujuan dari karakterisasi sifat makroskopik ini adalah untuk mengetahui sifat fisis (densitas dan porositas) dan sifat mekanik (kuat tekan, kekerasan dan kuat tarik) dari hidroksiapatit/kitosan (n-HAp/CS) sebagai aplikasi implantasi tulang.

3.4.1. Densitas

Pengukuran densitas dapat dilakukan dengan melalui beberapa langkah. Langkah pertama adalah menimbang sampel (m) menggunakan neraca digital dengan ketelitian 0.0001 gram. Langkah selanjutnya yaitu mengukur volume (V) sampel. Data yang diperoleh dihitung densitasnya dengan menggunakan Persamaan (2.1).

3.4.2. Porositas (*Porosity*)

Pada pengukuran porositas yaitu menggunakan etanol sebagai bahan utamanya, langkah yang dilakukan dalam pengukuran porositas adalah sebagai

berikut. Pertama-tama sampel kita timbang terlebih dahulu (m_0) dan volumenya (V_0) dengan menggunakan neraca dan gelas ukur. Selanjutnya sampel direndam kedalam sebuah etanol ($\rho = 0.789 \text{ gram/cm}^3$) selama 48 jam. Sampel kemudian diukur beratnya kembali (m_1). Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan menggunakan Persamaan (2.2) sehingga diperoleh besar porositas hidroksiapatit/kitosan (n-HAp/CS).

3.4.3. Kekuatan Tekan (*Compressive Strength*)

Pada pengukuran kekuatan tekan yaitu menggunakan alat *autograph*. Langkah yang dilakukan pada pengukuran kuat tekan adalah sebagai berikut. Pertama-tama permukaan bagian atas dan bawah dari sampel dihaluskan dengan amplas. Kemudian sisi sampel yang meliputi tebal (t) dan diameter (d) diukur dengan menggunakan mikrometer skrup. Sampel ditempatkan pada bagian penekan mesin uji tekan, selanjutnya mesin dinyalakan sehingga bagian penekan akan menekan permukaan sampel sampai hancur. Besarnya beban (F) yang digunakan untuk menekan sampel sampai hancur dapat dilihat pada alat. Data yang telah diperoleh kemudian dianalisis kekuatan tekannya dengan menggunakan Persamaan (2.3) sehingga dapat diperoleh besarnya kuat tekan hidroksiapatit/kitosan (n-HAp/CS).

3.4.4. Kekerasan (*Hardness*)

Pengujian kekerasan sampel dilakukan dengan alat *Vickers Hardness Test*. Pengukuran nilai kekerasan dilakukan dengan penekanan pada permukaan sampel menggunakan intan berbentuk piramid (sudut kemiringan 136^0). Akibat penetrasi

pada permukaan sampel dengan waktu penetrasi (t) yang telah ditentukan akan diperoleh berkas-berkas diagonal. Pengukuran nilai kekerasan dilakukan pada lima titik yang berbeda pada permukaan sampel. Hasil uji kekerasan diperoleh nilai-nilai D_1 (panjang diagonal paramid 1), D_2 (panjang diagonal paramid 2), F (Beban) dan VHN yang dapat dilihat langsung pada alat.

3.4.5. Kekuatan Tarik (*Tensile Strength*)

Penentuan sifat mekanik kekuatan tarik hidroksiapatit/kitosan (n-HAp/CS) digunakan alat *autograph*. Penentuan sifat mekanik dilakukan dengan cara pencetakan dan pemotongan sampel. Ujung-ujung sampel dikaitkan pada alat uji dan beban penarik dipasang pada satuan beban kgf. Sampel ditarik dengan pembebanan tertentu hingga putus. Besar beban penarik maksimum (F_{max}) dan perubahan panjang sampel saat putus dicatat. Data pengukuran tegangan dan regangan diubah menjadi stress (σ) dan regangan (ϵ). Pada pengujian ini secara tidak langsung kita juga bisa menghitung nilai dari modulus young sampel.