

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah penelitian eksperimental laboratories (murni)

B. Tempat dan Waktu penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium FMIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta, Laboratorium Bahan D3 Jurusan Teknik Mesin dan industri Fakultas Teknik Universitas Gadjah Mada Yogyakarta, Laboratorium Mikrobiologi Universitas Muhammadiyah Yogyakarta dan Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Waktu penelitian di mulai dari bulan Januari- April 2017.

C. Sampel penelitian

Pada penelitian ini subyek yang digunakan adalah resin komposit *Nanofiller* sintesis (Z350, 3M ESPE) yang di cetak pada cetakan yang terbuat dari bahan akrilik dengan ukuran diameter 5 mm dan tebal 2 mm dengan jumlah 5 sampel tiap kelompok.

Sampel penelitian ini didapat menggunakan rumus Lameshow dkk. (1997) :

$$N = \frac{Z^2_{1-\alpha/2}\sigma^2}{d^2}$$

Keterangan rumus:

n = Jumlah sampel tiap kelompok

Z = Harga standar normal pada α tertentu yang digunakan dalam penelitian

σ = Variansi populasi yang dapat di estimasi dari simpangan baku penelitian sejenis sebelumnya

d = Presisi (0,01 – 0,25)

Berdasarkan rumus tersebut, maka perhitungan besar sampel penelitian ini adalah :

$$Z = 1,96 \quad (\alpha = 0,05 \quad Z_{1-\alpha/2} = Z_{0,975} = 1,96)$$

$$\sigma = 0,135 \quad (\text{Sano dkk., 1994})$$

$$d = 0,155 \quad (\text{Darmawangsa, 2005})$$

$$n = 5,294000756 \text{ dibulatkan menjadi } 5$$

Sehingga dari hasil perhitungan, jumlah sampel yang digunakan tiap kelompok adalah 5 sampel.

D. Identifikasi Variabel

1. Variabel pengaruh : volume filler resin komposit nanosisal

Rumus perhitungan setiap konsentrasi filler nanosisal =

$$\text{Ppm berat (wt)} = \text{wt\%} \times \text{berat jenis} \times 1000$$

A). Diketahui berat jenis sisal 60% adalah 45 gram

Ppm berat (wt) untuk sampel 60% adalah =

$$Wt = \frac{60\% \times 45 \times 1000}{10.000}$$

$$Wt = 0,003 \text{ gram}$$

B). Diketahui berat jenis sisal 65% adalah 76 gram

$$Wt = \frac{65\% \times 76 \times 1000}{10.000}$$

$$= \frac{49400}{10.000} = 4,94 \frac{\text{mg}}{\text{g}} = 0,0049 \text{ gram dibulatkan menjadi } 0,005 \text{ gram}$$

C). Diketahui berat jenis sisal 70% adalah 100 gram

$$Wt = 70\% \times 100 \times 1000$$

$$= \frac{70000}{10000} = 7 \frac{\text{mg}}{\text{g}} = 0,007 \text{ gram}$$

2. Variabel terpengaruh :

Kekerasan pada resin komposit *Nanofiller* dan nanosisal

3. Variabel terkendali

1. Jenis sisal

- Serat sisal (*Agave sisalana*)

2. Ukuran sampel uji vicker hardness test (diameter 5mm, t: 2 mm)

3. Jenis visible light cure: tungsten halogen

4. Panjang gelombang sinar: 450nm

5. Jarak penyinaran: selapis selluloid strip

4. Variabel tidak terkendali

1. Kekerasan

2. Porusitas

E. Definisi Operasional

1. Jenis sisal merupakan material yang berfungsi sebagai material penguat yang ditambahkan pada resin komposit. Pada penelitian ini digunakan serat alam sisal (*Agave sisalana*) yang berbentuk bundel (serat alam), kemudian diolah di laboratorium sehingga diperoleh sediaan nanosisal.

2. Kekerasan adalah daya tahan material terhadap fraktur, yang merupakan indikasi dari berapa banyak jumlah energi yang dibutuhkan untuk menyebabkan fraktur. Uji kekerasan menggunakan uji kekerasan vickers dalam satuan kg/mm^2 .

F. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan penelitian

- a. Serat sisal (*Agave sisalana*), Balai Penelitian Tanaman Pemanis dan Serat (Balittas), Malang, Indonesia.
- b. Resin komposit *Nanofiller* sintetis (Z350, 3M ESPE).
- c. ethanol
- d. NaOH 6%
- e. CH_3COOH 6%
- f. aquades steril
- g. champorquinone
- h. Bis-GMA
- i. TEGDMA
- j. UDMA

2. Alat Penelitian

- a. Visible light cure
- b. Cetakan sampe uji vicker hardness test berbentuk silindris (diameter 5mm, t: 2mm)
- c. *Magnetic stirrer*
- d. Selluloid strip

- e. Glass plate
- f. Pinset
- g. Plastik instrument
- h. condensor
- i. Timbangan digital
- j. *Incubator*
- k. Micropipet
- l. Cawan petri
- m. Tabung reaksi
- n. Alat uji kekerasan vickers
- o. Sonifikasi
- p. Grinder

G. Jalannya Penelitian

1. Pembuatan nanosisal

Cara pengolahan serat sisal memiliki beberapa tahap. Tahap pertama serat sisal dipotong dengan *Tecator sample grinder* (Cyclotec-1093 mill sampel,) sampai diperoleh partikel yang halus. Serat kemudian diberi perlakuan dengan menggunakan 4 wt% larutan natrium hidroksida pada suhu 80 °C dalam bak air selama 2 jam sambil diaduk menggunakan *magnetic stirring*. Perlakuan ini dilakukan sampai tiga kali untuk menghilangkan konstituen lain selain selulosa dari serat. Setelah masing-masing perlakuan, serat kemudian disaring dan dicuci dengan air suling sampai kandungan alkalinya hilang. Tahap selanjutnya adalah bleaching

yang berfungsi untuk mengambil selulosa murni. Larutan yang digunakan untuk bleaching mengandung larutan (27 g NaOH dan Hidrogen Peroksida dan klorit cair (1,7 wt% NaClO₂ dalam air). Bleaching dilakukan pada suhu 80 °C selama 4 jam sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan diulang empat kali. Setelah masing-masing perlakuan, serat disaring dan dicuci dengan air suling. Serat kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam. Serat kering kemudian digiling hingga menjadi bubuk halus menggunakan penggiling Philips (HR2021-400 W).

Serat kering yang telah menjadi bubuk halus dilakukan hidrolisis asam pada suhu 50 °C dalam bak air, selama sekitar 50 menit dengan menggunakan asam sulfat 65 wt%, sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Kandungan bahan kimia pada semua perawatan serat berkisaran antara 5-6 wt%. Untuk menghentikan reaksi, suspensi diencerkan dengan es batu. Kemudian dilakukan pencucian berturut-turut dalam centrifuge (Harrier 18/80 Refrigerated Centrifuge, Model MSB080.CR1.K) pada suhu 10 °C dan 5000 rpm selama 30 menit. Dialisis (SnakeSkin® lipit dialisis Tubing-3500 MWCO) terhadap air suling dilakukan untuk menghilangkan asam bebas dalam dispersi. Hal ini sudah diverifikasi dengan menentukan netralitas limbah dialisis. dispersi lengkap nano-whiskers diperoleh dengan cara ultrasonikasi menggunakan Processor Cole-Parmer Ultrasonic (Model CP 505, 500 Watts). Nanosial terdispersi menjadi bahan yang hidrofilik kemudian disaring melalui No 1 fritted glass

filter untuk menghilangkan sisa-sisa agregat, dan kemudian agar sisal di freeze-dried menggunakan Freeze Dryer (Flex-Dry™ μ P Microprocessor Control, FTS Systems, Inc., USA agar nanosisal menjadi bahan yang hidropobik sehingga diperoleh nanosisal semi padat kemudian nanosisal disimpan di dalam kulkas untuk mencegah timbulnya jamur.

2. Pembuatan sampel (nanosisal komposit, *Nanofiller* sintesis komposit)

Nanosisal semi padat seberat 0,003 gram diletakkan pada glass plate dicampur dengan 0,5 gram Bis-GMA, 0,02 gram TEGDMA, 0,02 gram UDMA, 0,009 gram Champroquinone, diaduk sampai merata sehingga diperoleh adonan nanosisal komposit 60% lalu dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light cure* selama 40 detik. Nanosisal komposit 60% yang telah keras disebut sebagai kelompok A.

Nanosisal semi padat seberat 0,005 gram diletakkan pada glass plate, dan dicampur dengan 0,5 gram Bis-GMA, 0,02 gram TEGDMA, 0,02 gram UDMA, 0,009 gram Champroquinone, diaduk merata sehingga diperoleh adonan nanosisal komposit 65% dan kemudian dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light cure* selama 40 detik. Nanosisal komposit 65% yang telah keras sebagai kelompok B.

Nanosisal semi padat seberat 0,007 gram gram diletakkan pada glass plate dan dicampur dengan 0,5 gram Bis-GMA, 0,02 gram TEGDMA, 0,02 gram UDMA, 0,009 gram Champroquinone, diaduk sampai merata sehingga diperoleh adonan nanosisal komposit 70% dan kemudian dimasukkan dalam cetakan dan disinari dengan *visible light*

cure selama 40 detik. Nanosisal komposit 70% yang telah keras disebut sebagai kelompok C.

Nanofiller komposit diambil dalam tube dengan menggunakan plastis instrumen, dimasukkan dalam cetakkan dan disinari dengan visible light cure selama 40 detik, sehingga resin komposit mengeras dan disebut sebagai kelompok D.

Setelah semua sampel dibuat selanjutnya resin komposit kelompok A, B, C, D direndam di dalam aquades agar tidak terkontaminasi oleh cahaya yang berasal dari luar, kemudian disimpan dalam Inkubator dengan suhu 37°C selama 24 jam agar terbentuk polimerisasi yang sempurna. Setelah 24 jam sampel dikeluarkan dalam inkubator dan dikeringkan dengan kertas penyerap air.

3. Uji Kekerasan

Kelompok A, B dan C dilakukan uji mekanis yaitu berupa uji kekerasan. Setiap sampel pada semua kelompok diletakkan dalam uji kekerasan. Selanjutnya data yang diperoleh dimasukkan kedalam rumus untuk menentukan Vickers Hardness Test (VHN) yang diperoleh melalui rumus:

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \text{ approximately}$$

Keterangan :

H : Vickers Hardness number (kg/mm^2)

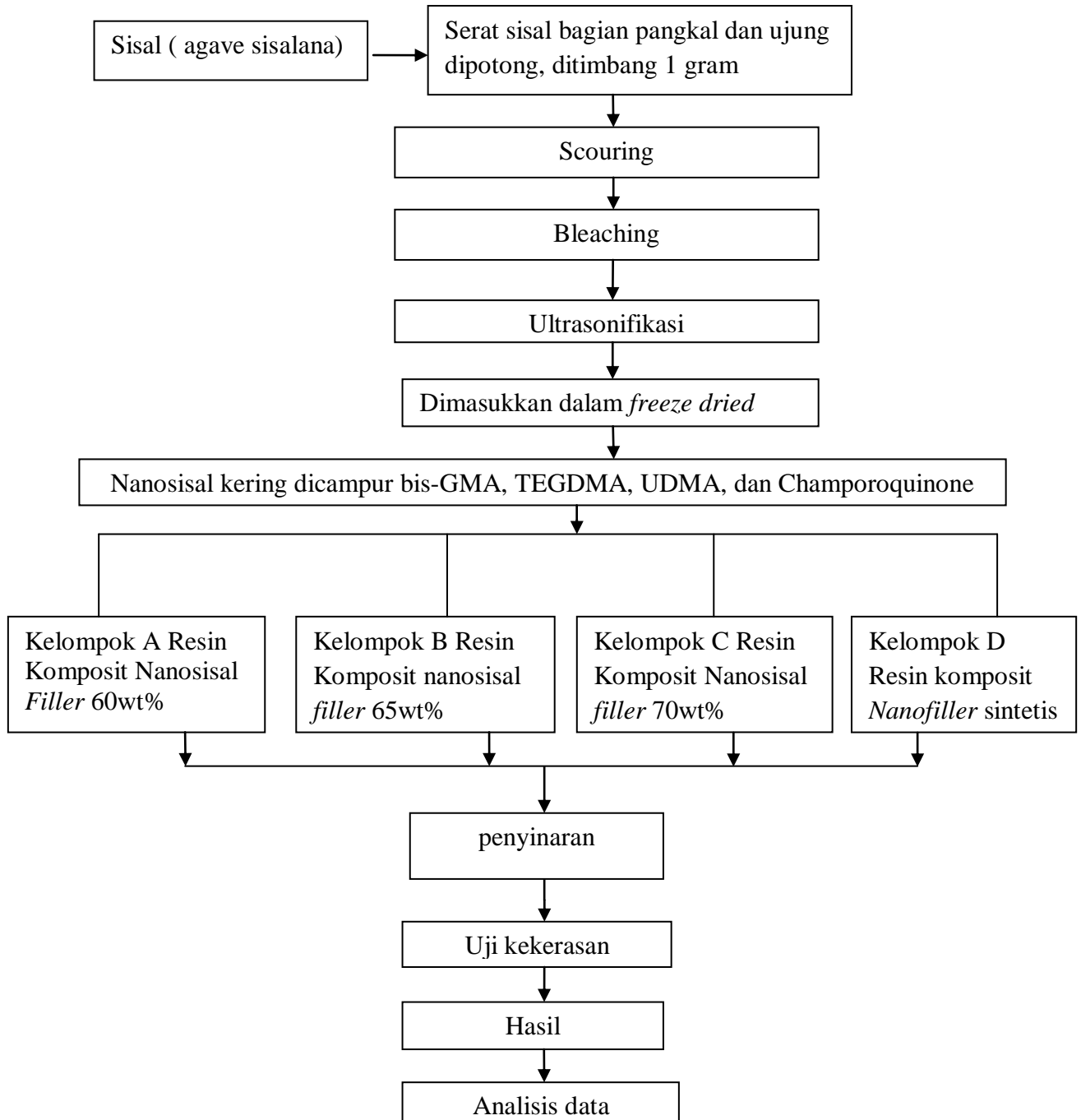
F : Beban (kgf)

d : Panjang diagonal rata-rata indentasi (mm)

H. Analisis data

Untuk menentukan distribusi normal, data dianalisis dengan uji Shapiro-wilk karena sampel kurang dari 50. Selanjutnya data dianalisis secara statistika menggunakan uji *one way anova* dan uji LSD jika memenuhi persyaratan.

I. Alur Penelitian



Gambar 3. Alur Penelitian