



REPUBLIK INDONESIA
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

SURAT PENCATATAN CIPTAAN

Dalam rangka perlindungan ciptaan di bidang ilmu pengetahuan, seni dan sastra berdasarkan Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta, dengan ini menerangkan:

Nomor dan tanggal permohonan : EC00202145304, 8 September 2021

Pencipta

Nama : **Dr.-Tech Ir. Agus Pramono, ST., MT**
Alamat : FT - UNTIRTA Jl. Jendral Soedirman KM. 3 Cilegon Provinsi Banten,
Cilegon, BANTEN, 42435
Kewarganegaraan : Indonesia

Pemegang Hak Cipta

Nama : **REKTOR UNTIRTA**
Alamat : UNTIRTA KAMPUS SINDANGSARI Jl. Raya Palka Km 3 Sindangsari,
Pabuaran, Kab. Serang Provinsi Banten, Serang, BANTEN, 42118
Kewarganegaraan : Indonesia
Jenis Ciptaan : **Laporan Penelitian**
Judul Ciptaan : **Pengolahan Limbah Tulang Sapi Dan Kaleng Minuman
Menggunakan Self Propagating High Temperature Synthesis (SHS)
Sebagai Aplikasi Komposit Material**

Tanggal dan tempat diumumkan untuk pertama kali : 8 September 2021, di Cilegon
di wilayah Indonesia atau di luar wilayah Indonesia

Jangka waktu perlindungan : Berlaku selama 50 (lima puluh) tahun sejak Ciptaan tersebut pertama kali
dilakukan Pengumuman.

Nomor pencatatan : 000276469

adalah benar berdasarkan keterangan yang diberikan oleh Pemohon.

Surat Pencatatan Hak Cipta atau produk Hak terkait ini sesuai dengan Pasal 72 Undang-Undang Nomor 28 Tahun 2014 tentang Hak Cipta.

a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL



Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.
NIP. 196611181994031001

Disclaimer:

Dalam hal pemohon memberikan keterangan tidak sesuai dengan surat pernyataan, menteri berwenang untuk mencabut surat pencatatan permohonan.

**PENGOLAHAN LIMBAH TULANG SAPI DAN LIMBAH KALENG
MINUMAN BERBASIS ALUMINIUM MENGGUNAKAN METODE
SELF PROPAGATING HIGH TEMPERATURE SYNTHESIS (SHS)
SEBAGAI APLIKASI KOMPOSIT MATERIAL**

PENELITIAN



Ketua Penelitian: Ir. Agus Pramono, ST., MT., Ph. D

Anggota: Anistasia Miloandia, ST., MT

Dr. Eng Deni shidqi khaerudini

Prof. Dr. Ir. H. Fatah Sulaiman, ST., MT

**FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON BANTEN**

2021

ABSTRAK

Pengolahan bahan limbah tulang hewan ternak memiliki nilai ekonomi rendah. Pada dasarnya tulang manusia dengan tulang hewan ternak jenis sapi memiliki kesamaan, yaitu dalam senyawa pembentuknya. Sekitar 65% fraksi mineral di dalam tulang adalah hidroksiapatit (HAp). Limbah kaleng merupakan salah satu limbah logam yang mengandung aluminium sekitar $\pm 96\%$ dan berpotensi untuk didaur ulang. Lebih dari 75% kaleng diproduksi menggunakan bahan dasar logam aluminium. Limbah kaleng aluminium berpotensi untuk dipadukan dengan bahan HAp. Unsur-unsur yang kompatibel untuk dijadikan bahan paduan bersama aluminium (Al) dan HAp adalah: titanium (Ti), magnesium (Mg) dan tembaga (Cu), menggunakan metode terbaru yaitu teknologi self-propagating high-temperature synthesis (SHS). Proses SHS didasarkan pada sistem yang melibatkan pembakaran eksotermik. Pada reaksi pemanasan eksotermis dengan variabel ideal maka akan didapatkan fase metastabil serta kandungan kemurnian unsur yang tinggi. Mengacu pada kebaruan metode SHS yang disempurnakan dengan penambahan variabel penekanan maka penyempurnaan metode dari aspek reaksi eksotermis dan aspek penambahan tekanan pada proses SHS akan mampu menghasilkan produk komposit biomaterial, yang terdiri dari beberapa gabungan bahan matriks seperti aluminium dari bahan limbah kaleng, HAp dari bahan tulang sapi dan penguat: silikon karbida (SiC)/alumina (Al₂O₃), serta menggunakan double coupling agent sebagai pembasah yang memiliki peran sebagai katalis untuk membentuk ikatan antara matriks dengan penguat. Produk yang dihasilkan akan mampu diaplikasikan pada beberapa komponen biomaterial. Tujuan utama dari penelitian ini adalah: menghasilkan material komposit biomaterial yang berasal dari limbah tulang sapi dan kaleng bekas minuman yang memenuhi standar ASTM F138 sehingga akan menghasilkan properties komponen biomaterial berkekuatan tinggi dengan berat jenis yang rendah. Pembuatan hybrid komposit biomaterial menggunakan bahan HAp dari tulang sapi. Beberapa karakteristik dilakukan adalah sifat mekanik dan fisik..

Kata Kunci : Hidroksiapatit, Aluminium, SHS, Ukuran Serbuk, Kompaksi, Kekerasan, Porositas, Biomaterial.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur Alhamdulillah atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga laporan penelitian ini terselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Fatah Sulaiman, ST., MT. selaku Rector Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
2. Bapak Prof, Dr. -Ing Ir. Asep Ridwan, ST., MT. selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa
3. Bapak Adhitya Trenggono, ST., M.Sc. sebagai Ketua Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa
4. Bapak Dr.-Eng Deni Shidqi Khaerudini selaku partner penelitian serta Seluruh Staf dan karyawan Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.
5. Laboratorium Metalurgi Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

Cilegon, 08 September 2021
Dr.-Tech Ir. Agus Pramono, ST., MT

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
ABSTRAK	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	iv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Identifikasi Masalah	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Batasan Masalah.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Hidroksiapatit	6
2.2 Tulang Sapi.....	9
2.3 Limbah Kaleng Alumunium.....	12
2.4 Magnesium	13
2.5 Material Komposit	15
2.6 Biomaterial	16
2.7 <i>Self propagating High temperature Synthesis (SHS)</i>	17
2.8 Biomterial	19
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	24
3.1 Alir Proses Kalsinasi	24

3.1.1	Preparasi Tulang Sapi	24
3.1.2	Preparasi Kaleng	25
3.1.3	Diagram Alir Eksperimen Percobaan SHS	25
3.2	Prosedur Percobaan	27
3.2.1	Proses Preparasi Tulang Sapi	27
3.2.2	Proses Preparasi Kaleng	28
3.2.3	Prosedur Perobaan SHS	28
3.2.4	Prosedur Pengujian	29
3.2.4.1	Pengujian Porositas standar ASTM C20	29
3.2.4.2	Pengujian Kekerasan standar ASTM E92	30
3.2.4.3	Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i>	30
3.2.4.4	Pengamatan Struktur Mikro	31
3.3	Alat dan Bahan	31
3.3.1	Alat yang Digunakan	31
3.3.2	Bahan yang Digunakan	32
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1	Karakterisasi Awal	33
4.2	Hasil Percobaan	38
4.3	Hasil XRD terhadap Pengaruh Ukuran serbuk dan Tekanan Kompaksi	41
4.4	Nilai Porositas terhadap Pengaruh Ukuran Ayakan Al dan Tekanan Kompaksi	44
4.5	Nilai Kekerasan terhadap Pengaruh Ukuran Ayakan Al dan Tekanan Kompaksi	47
4.6	Hasil SEM – EDS Komposit Hidroksiapatit	49

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	55
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran.....	56
DAFTAR PUSTAKA	57

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berdasarkan penelusuran oleh Badan Pusat Statistik (BPS) bahwasanya produksi daging sapi menghasilkan kurang lebih 531.757 ton, per-tahun, hal ini juga menunjukkan bahwa limbah yang dihasilkan dari produksi daging sapi sangat banyak dengan hasil limbah sapi ini terdapat tulang yang mengandung hidroksiapatit (HAp)/. HAp berpotensi sebagai sumber hidroksiapatit yang berguna untuk aplikasi biomedik. HAp merupakan molekul kristalin yang intinya tersusun dari fosfor dan kalsium dengan rumus molekul sebagai berikut: $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, molekul ini sebanyak 65% dari fraksi mineral yang ada di dalam tulang manusia. Material ini juga terdapat pada struktur gigi manusia terutama di dalam dentine dan enamel, maka dari itu material ini sangat penting dalam dunia kesehatan (Petit, 1999). Hidroksiapatit memiliki biokompabilitas yang baik akan tetapi struktur mikro yang dihasilkan oleh hidroksiapatit bersifat getas dan menggumpal oleh karena itu perlu dilakukan pepaduan dengan alumunium yang bertujuan untuk meningkatkan kekuatan dan kekerasan serta untuk memperbaiki struktur mikro yang menggumpal (Pramono, 2019) dan sebagai pengikat kedua material tersebut hidroksiapatit dan alumunium maka perlu penambahan *wetting agent* berupa magnesium yang berfungsi juga untuk meningkatkan kekuatan dan kekerasan (Pramono 2020).

Untuk meningkatkan kekuatan hidroksiapatit, maka bisa diterapkan dengan pepaduan logam yang kompatibel dengan HAp. Bahan baku alumunium

alternatif untuk sintesa alumunium hidroksiapatit didapat dari limbah kaleng alumunium, dikarenakan pada kaleng alumunium memiliki kemurnian yang cukup tinggi dengan kadar alumunium sebesar 97.8%. Menurut data kementerian lingkungan hidup di Indonesia jumlah limbah kaleng di Indonesia dihasilkan sebesar 1750 ton/hari, sehingga menimbulkan masalah lingkungan jika tidak dilakukan daur ulang terhadap limbah kaleng tersebut.

Limbah logam yang mengandung alumunium merupakan limbah sering kita jumpai dalam kehidupan sehari – hari, seperti misalnya seperti limbah kaleng minuman. Menurut data Kementerian Lingkungan Hidup limbah logam yang dihasilkan sebesar 26.250 ton/hari. Kkandungan aluminium pada kaleng bagian tutup (atas) adalah series 3XXX yaitu sebesar 97,8% oleh karena itu agar tidak terbuang percuma perlu dilakukan pengolahan kembali limbah kaleng tersebut untuk dimanfaatkan menjadi sebuah aplikasi bermanfaat. Komposit antara limbah tulang sapi dan limbah kaleng alumunium dapat menghasilkan sebuah material maju (*advance material*) berupa biomaterial yang berguna di dunia kesehatan.

Ukuran partikel sangat penting dalam menentukan kualitas ikatan material komposit karena semakin kecil ukuran partikel maka kualitas ikatannya semakin baik yang mengakibatkan kerapatan relatif lebih tinggi. Ukuran partikel juga mempengaruhi distribusi partikel semakin kecil partikel kemungkinan terdistribusi merata lebih besar sehingga pada proses pencampuran akan diperoleh distribusi yang homogen (Oh Sung Tag, 1998). Penekanan juga membantu proses homogenisasi komposit karena akan mengurangi porositas dan

akan mengakibatkan penataan ulang struktur mikro karena terjadi deformasi yang akan meminimalisir perbedaan kerapatan pada material komposit sehingga kekuatan dan kekerasan akan meningkat (Halverson, 1989)

Pengolahan yang sesuai untuk berbagai bahan ini secara teoritik adalah jenis *Powder Metallurgy* (P/M) atau biasa disebut Metalurgi serbuk, yang merupakan teknik pengolahan logam dengan menggunakan serbuk logam melalui metode penekanan dan pemanasan (*sinter*). Metode pengolahannya tidak hanya dapat dilakukan melalui penekanan dan pemanasan (*sinter*) akan tetapi bisa dikembangkan melalui metode baru yaitu pembakaran eksotermnis yaitu: *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS). Metode ini memanfaatkan sebuah cetakan khusus menggunakan variasi penekanan kompaksi yang dapat menghasilkan suatu material seperti material komposit yang bermanfaat (Pramono, 2016). SHS adalah bentuk sintesis pembakaran terkontrol yang sudah dimanfaatkan untuk bahan logam bertemperatur tinggi, SHS memanfaatkan reaksi solid pembakaran antara komponen dalam bentuk serbuk untuk menghasilkan material khusus dengan pembakaran suhu tinggi yang terkontrol. Metode SHS dilakukan dengan cara pemanasan pada suhu tinggi yang mengakibatkan pembakaran terkontrol pada sampel yang berada dalam sebuah cetakan khusus (X Galina dan V George, 2000)

Berdasarkan fenomena tersebut maka penelitian tentang pemanfaatannya limbah tulang sapi dengan limbah kaleng aluminium dari minuman ringan mengacu pada ukuran serbuk yang menentukan karakterisasi produk dari pemanfaatan limbah tulang sapi dan limbah kaleng aluminium. Pada dasarnya

penggunaan metode SHS hanya menggunakan reaksi pembakaran pada furnace bertemperatur tinggi. Namun dengan modifikasi penambahan variasi penekanan diharapkan untuk menyederhanakan proses fabrikasi (Pramono, 2021). Pengaruh variasi ukuran serbuk dan tekanan kompaksi diharapkan serbuk terdistribusi dengan baik, antara partikel secara homogen dengan penataan ulang struktur mikro agar tidak menggumpal sehingga dapat diaplikasikan untuk biomaterial. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh (Yudyanto, 2016) bisa diterapkan untuk *human teeth dentin* berdasarkan nilai kekerasannya yang dihasilkan berkisar 28,55 – 81,57 HV (atau 19,70 HV (Cirano, 2004)).

1.2 Identifikasi Masalah

Dalam penerapan penelitian ini, yang menjadi masalah untuk diidentifikasi adalah sebagai berikut:

1. Pemanfaatan limbah tulang sapi dan limbah kaleng alumunium sebagai *base material* dengan variasi ukuran serbuk Al dan penekanan kompaksi menggunakan metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS).
2. Bagaimana pengaruh variasi ukuran serbuk Al dan penekanan kompaksi terhadap karakterisasi komposit limbah tulang sapi dan limbah kaleng alumunium berdasarkan nilai porositas, kekerasan, dan aplikasinya.

1.3 Tujuan

Dalam penyusunan tugas akhir ini yang menjadi tujuan dilakukannya penelitian ini antara lain adalah

1. Mengetahui pengaruh ukuran serbuk dan variasi penekanan kompaksi menggunakan metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS) terhadap nilai porositas sampel keramik matrik komposit.
2. Mengetahui pengaruh ukuran serbuk dan variasi penekanan kompaksi menggunakan metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS) terhadap nilai kekerasan sampel keramik matrik komposit.
3. Terbentuknya keramik matrik komposit menggunakan metode *Self propagating High temperature Synthesis* dan pengaplikasian keramik matrik komposit hasil SHS.

1.4 Batasan Masalah

Dalam penelitian ini menggunakan hidroksiapatit dari limbah tulang sapi dan alumunium dari limbah kaleng minuman dengan volume 87% hidroksiapatit dan 10% alumunium serta penambahan *wetting agent* berupa Mg sebesar 3%. Pertama dilakukan proses kalsinasi tulang sapi kering pada temperatur 850°C selama 2 jam. Kemudian memotong kaleng sebesar 1x1 cm dan memotong tulang sapi hasil proses kalsinasi. Setelah itu melakukan *grinding* selama 15 menit pada kaleng alumunium dengan perbandingan 1 menit on 2 menit off dan 1 menit pada tulang sapi kemudian melakukan *screening* Al dengan variasi ukuran ayakan 100#, 140#, dan 170#. Dilakukan proses *mixing* hidroksiapatit, alumunium, dan magnesium dengan perbandingan 87% hidroksiapatit 10% alumunium 3% Mg dengan fraksi ukuran Al +100#, -140#+170#, dan -170#. Setelah proses *mixing* dilakukan memasukkan serbuk kedalam cetakan untuk proses kompaksi dengan

variasi penekan 100MPa, 171MPa, dan 200MPa. Sampel hasil kompaksi di masukkan ke dalam cetakan khusus SHS dan pemanasan dilakukan di *muffle furnace* untuk melakukan metode SHS dengan temperatur 900⁰C selama 2 jam. Cetakan dimasukkan saat temperatur sudah mencapai 900⁰C kemudian setelah ditahan selama 2 jam cetakan didinginkan didalam *furnace* sampai dengan temperatur *furnace*. Untuk mengetahui nilai kekerasan maka dilakukan pengujian keras dengan mesin uji keras sedangkan untuk mengetahui porositas dengan pengujian metode archimedes. Dan untuk pengujian karakteristik menggunakan *X-ray diffraction*, dan *Scanning electron microscope*.

BAB II

KAJIAN LITERATUR

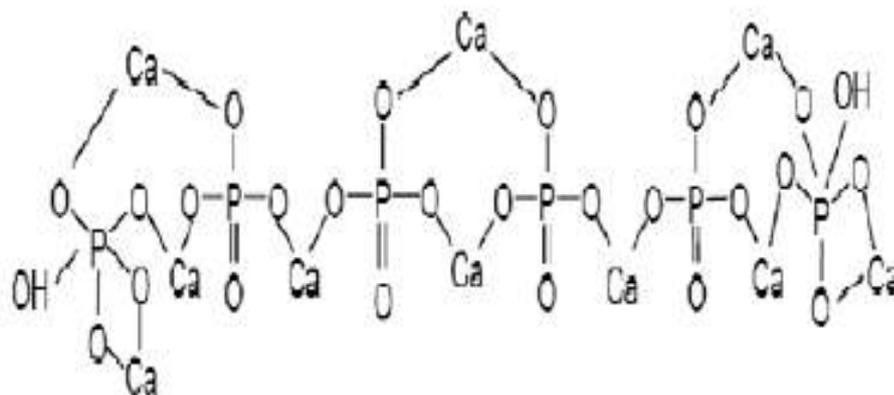
2.1 Hidroksiapatit (HAp)

Penyusun utama komponen pada tulang adalah kalsium fosfat, merupakan bahan anorganik yang paling stabil adalah hidroksiapatit/HAp (Saraswathy, 2001). HAp merupakan molekul kristalin yang tersusun atas kalsium dan fosfat dengan perbandingan Ca/P adalah 1,67 dan densitasnya 3,19 g/ml dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Molekul ini memiliki 65% dari fraksi mineral yang ada di dalam tulang manusia. Material ini juga terdapat pada struktur gigi manusia terutama didalam dentine dan enamel maka dari itu peran hidroksiapatit sangat penting di dunia kesehatan (Petit, 1999). Selain pada tulang sapi hidroksiapatit dapat kita temui seperti pada cangkang telur ayam, cangkang kerang, dan cangkang keong sawah yang mengandung CaCO_3 untuk pembentukan hidroksiapatit. Hidroksiapatit juga banyak digunakan dalam dunia orthopedik karena sifat fisis, kimia, mekanis, dan biologisnya sangat mirip dengan komponen tulang manusia (Pane, 2004). Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu presipitasi, teknik hidrotermal, teknik *multiple emulsion*, *biometric deposition technique*, *electrodeposition technique* dan masih banyak lagi yang lainnya.

Hidroksiapatit memiliki karbonat didalamnya yang akan meningkatkan biokompatibel dan perlu diketahui material pengganti tulang yang sering digunakan adalah keramik kalsium fosfat yang bersumber dari hidroksiapatit. Sifat mekanik

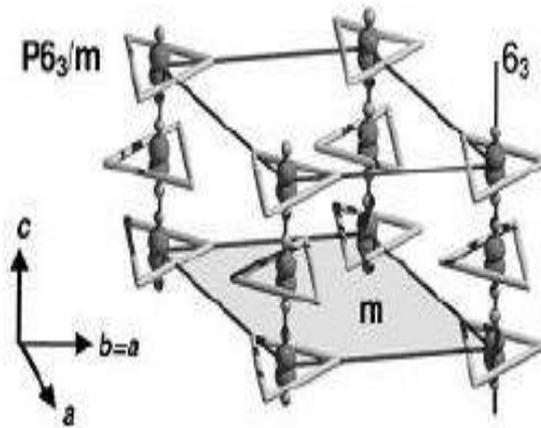
yang dihasilkan hidroksiapatit memiliki kekuatan tekuk 38Mpa, kekuatan tekan 120Mpa, dan kekuatan tarik 38Mpa pada aplikasi *scaffold* porositas yang dibutuhkan 55% (Suchanek dan Yoshimura, 1998). Dan untuk nilai kekerasan dari hidroksiapatit dari penelitian yang pernah dilakukan adalah sebesar 17,54HV (Niakan dkk, 2014) sedangkan untuk nilai *flexural strength* 3,72 – 4,31 (Kaur, 2017). Sedangkan sifat kimia yang dimiliki yaitu *biocompatible*, *bioactive*, dan *bioresorbable*. *Biocompatible* disini maksudnya adalah dapat diterima oleh tubuh manusia, sedangkan *bioactive* adalah pembentukan ikatan kimia langsung terhadap tulang, dan *bioresorbable* yaitu material akan melarut sepanjang waktu dan membentuk jaringan baru yang tumbuh pada sembarang permukaan material. Sifat *bioresorbable* ini digunakan sebagai *scaffolds* atau pengisi yang menyebabkan mereka berinfiltrasi dan bersubstitusi ke dalam jaringan.

Gambar 2.1 Gambar Struktur Hidroksiapatit (Warastuti dan Abbas, 2011).



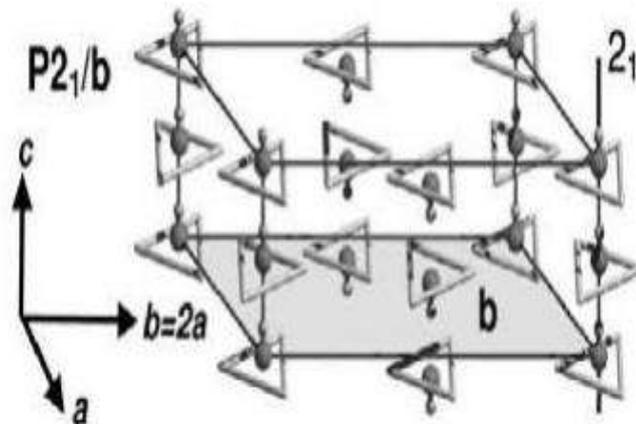
Berdasarkan sifat biokimia, mekanik, dan struktur molekul dari hidroksiapatit sesuai dengan yang dimiliki tulang dan gigi. Struktur kristal pada hidroksiapatit memiliki dua jenis kristal yang berbeda yaitu monoklinik dan

hexagonal dan pada sintesis hidroksiapatit biasanya menghasilkan struktur kristal hexagonal.



Gambar 2.2 Struktur Hexagonal Hidroksiapatit (Suryadi, 2011).

Pada hidroksiapatit juga memiliki struktur kristal yang berbentuk monoklinik jika pada kondisi stokiometrik, struktur ini memiliki struktur yang teratur dan stabil meski dalam kondisi suhu ruang.



Gambar 2.3 Struktur Monoklinik Hidroksiapatit (Suryadi, 2011).

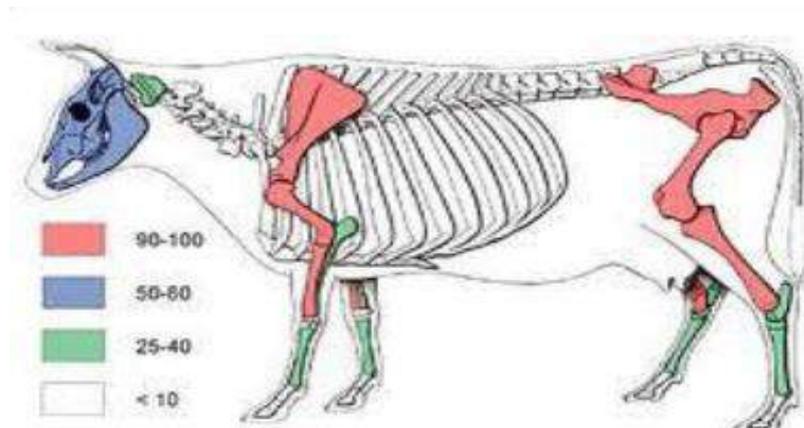
Hidroksiapatit dari tulang hewan dapat diperoleh dengan menggunakan metode seperti dekomposisi thermal, *sub – critical water process*, dan hidrolisis alkalin. Sintesa hidroksiapatit memberikan hasil yang baik tetapi metode yang

digunakan terlalu kompleks dan membahayakan tubuh yang disebabkan oleh proses perubahan ammonia, memerlukan waktu yang lama, dan terjadi penggumpalan. Keuntungan dari penggunaan sumber hidroksiapatit yang berasal dari alam adalah murah dan tidak susah dalam mengekstrak hidroksiapatit (Manalu dkk, 2015). Selain itu metode kalsinasi juga dapat digunakan untuk mengekstrak hidroksiapatit yang berasal dari alam. Seperti hidroksiapatit yang bersumber dari tulang ikan berhasil diekstrak dengan menggunakan metode *thermal treatment*, *thermal decomposition*, *alkaline hydrothermal*, pada tulang sapi, gigi dan tulang babi, serta gigi manusia berhasil diekstrak dengan menggunakan metode *sub critical water process* (Venkatesan, 2010). Perbedaan paling utama antara antara hidroksiapatit yang telah disintering dengan mineral tulang adalah derajat kristalinitas yang tinggi dan besar pori yang lebih kecil karena terjadi proses pepadatan, sehingga memiliki laju biodegradasi yang lebih tinggi (Arifianto, 2006)

2.2 Tulang Sapi

Produksi daging sapi di Indonesia sangat banyak karena daya konsumtif akan daging sapi di Indonesia yang cukup tinggi juga menurut Badan Pusat Statistik produksi daging sapi di Indonesia sekitar 531.757 ton per tahun. Dengan produksi daging sapi yang sangat banyak tentunya juga akan menghasilkan limbah tulang sapi yang sangat banyak juga dan salah satu pemanfaatan limbah tulang sapi yaitu di dunia kesehatan yang dimanfaatkan sebagai biomaterial. Tulang sapi bisa dimanfaatkan sebagai biomaterial karena salah satu sumber biologi untuk menghasilkan HAp (Barakat, 2008). Tulang sapi sering dipilih sebagai sumber

hidroksiapatit karena ketersediaan sumber yang melimpah, mudah diperoleh, dan bernilai ekonomis. Tulang sapi merupakan hasil samping (*By product*) dari pemotongan sapi yang belum dimanfaatkan secara maksimal, sehingga sampai saat ini tulang masih memiliki nilai ekonomis yang rendah. Seiring dengan perkembangan teknologi khususnya teknologi pengolahan hasil ikutan ternak, maka limbah tulang telah banyak dikembangkan dan dimanfaatkan baik dalam bentuk produk pangan maupun non-pangan. Gambaran potensi pemanfaatan *by product* tulang dari seekor sapi seperti terlihat pada gambar 2.1



Gambar 2.1 Peta Pemanfaatan tulang sapi (Irfan Said, 2014)

Pada gambar 2.1 presentase pemanfaatan tulang sapi paling banyak dimanfaatkan pada tulang bagian tulang paha sapi, prosentase pemanfaatan tulang bagian tersebut berkisar 90 – 100 %, namun pemanfaatan tulang sapi tersebut masih terbatas dan mempunyai nilai ekonomis yang kurang. Tulang ini terdiri dari 30% zat organic dan 70% zat non organik, mineral penyusun tulang memberikan sifat kaku pada tulang tersebut. Ikatan senyawa yang dimiliki oleh tulang menentukan fasa hidroksiapatit tulang. Fasa hidroksiapatit terbagi menjadi dua yaitu fasa non stokiometrik dan fasa stokiometrik hidroksiapatit, penentuan fasa tersebut

tergantung pada nilai rasio Ca/P. Untuk fasa non stokiometrik hidroksiapatit memiliki nilai rasio Ca/P tidak sama dengan 1,67, sementara untuk fasa stokiometrik hidroksiapatit memiliki nilai rasio Ca/P sebesar 1,67. Untuk hidroksiapatit non stokiometrik biasanya ditemukan pada bagian *enamel* dan *dentine* pada gigi dengan nilai rasio Ca/P > 1,67 (Manalu dkk, 2015). Tulang sapi memiliki karakteristik yang hampir sama dengan tulang manusia dikarenakan mempunyai unsur atau senyawa yang dominan yang sama yaitu hidroksiapatit, hidroksiapatit ini tidak hanya memiliki sifat biokompatibel, *osteoconductive*, *non toxic*, non inflamasi, non imunogenik, tetapi juga bioaktif, yaitu memiliki kemampuan untuk membentuk ikatan kimia dengan langsung dengan jaringan hidup (Manalu dkk, 2015). Keunggulan hidroksiapatit dari tulang sapi dapat diaplikasikan sebagai salah satu sumber biomaterial untuk jaringan keras dan mengganti senyawa anorganik yang ada pada tulang (Jayidi dkk, 2009).

Untuk aplikasi biomedik atau biomaterial dengan sumber hidroksiapat yang berasal dari tulang sapi, diperlukan karakteristik mekanik hidroksiapatit yang sesuai dengan karakteristik mekanik tulang manusia. Pada tulang manusia dibagi menjadi dua bagian yaitu tulang kortikal dan tulang *cancellous*, dan pada kedua jenis tulang ini memiliki sifat mekanik yang berbeda. Nilai kekerasan yang dimiliki oleh tulang kortikal rata-rata adalah 0.396 GPa atau 40.4 kgf/mm², sedangkan tulang *cancellous* adalah 0.345 Gpa atau 35.2 kgf/mm² (Pramanik, 2005)

Pemanfaatan limbah sapi selain bisa dimanfaatkan sebagai biomaterial juga dimanfaatkan dalam bentuk produk pangan seperti bahan baku suplemen makanan dan untuk produk non pangan seperti pakan ternak, pupuk organik, maupun

asesoris. Secara umum tulang yang dimiliki ternak sama dengan tulang yang dimiliki manusia. Berdasarkan komposisinya, tulang merupakan jaringan ikat padat yang tersusun atas zat organik dan zat anorganik. Zat organik pada tulang berada dalam bentuk matriks tulang berupa protein. Sebanyak 90 - 96% dari protein yang menyusun tulang adalah kolagen tipe T. Kolagen tipe T dan protein lainnya merupakan bagian kecil pada matriks. Zat anorganik yang menyusun tulang berupa kristal hidroksiapatit yaitu $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, Na^+ , Mg^+ , CO_3^{2-} (karbonat) dan F- (fluorida). Hidroksiapatit merupakan faktor yang menentukan kekuatan tulang dan dari komposisi unsur kalsium yang ada pada tubuh, maka sebanyak 99% ion Ca^{2+} terdapat pada tulang (Suchanek dan Yoshimura, 1998).

2.3 Limbah Kaleng Alumunium

Limbah kaleng merupakan jenis limbah yang tidak bisa diurai secara alami karena tergolong limbah anorganik dan menurut data statistik Kementerian Lingkungan Hidup jumlah limbah logam di Indonesia mencapai 26.250 ton/hari. Banyaknya penggunaan alumunium dalam kehidupan sehari-hari baik itu dalam rumah tangga maupun industri akan membuat limbah alumunium semakin banyak jika hal ini tidak di tangani dengan cepat maka limbah ini akan memberikan dampak yang buruk bagi lingkungan, limbah alumunium dapat mencemari tanah dan juga air. Oleh karena itu limbah kaleng harus didaur ulang karena di dalam limbah kaleng sendiri mengandung alumunium yang cukup tinggi meskipun ada campuran unsur lain didalamnya seperti Mn dan Mg dan perlu diketahui bahwa kandungan alumunium pada kaleng series 3XXX sebesar 97,8% maka dari itu

memiliki potensi yang tinggi untuk di daur ulang menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat khususnya dalam pembuatan material teknik (Alsaffar dan Bdeir, 2008). Adapun komposisi kimia pada kaleng minuman aluminium seperti ditunjukkan pada tabel 2.1 (Akrom, 2010)

Tabel 2.1 Komposisi Kimia *Cover* Kaleng Minuman Aluminium

Unsur	Persentase (%)
Si	0,2
Fe	0,35
Cu	0,15
Mn	0,35
Mg	0,35
Zn	0,25
Cr	0,1
Ti	0,1
Lainnya	0,15
Al	97,65

2.4 Magnesium

Logam magnesium (Mg) telah dibuat secara industri dalam tahun 1930-an dengan jalan elektrolisa campuran kloridanya yang terfusikan. Setelah itu pada tahun 1956 telah dikembangkan dalam industri suatu cara yang dinamakan cara Pidgeon dimana campuran dolomit yang dikalsinasikan dan ferrosilikon dalam bentuk bubuk direduksi dalam vakum pada temperatur tinggi. Ketahanan korosi

pada magnesium mendekati ketahanan korosi paduan alumunium dan lebih baik dari ketahanan korosi baja lunak.

Magnesium memiliki kristal heksagonal susunan rapat dan mempunyai kekuatan tarik 19 kgf/mm² setelah penganilan, kekuatan mulur 9,8 kgf/mm² dan perpanjangannya 16%, kira – kira 2 – 3 kali lebih kuat dari Al (Surdia dan Saito, 1999). Magnesium adalah unsur yang dapat meningkatkan kekuatan dan kekerasan pada kondisi perlakuan panas. Dalam pembuatan komposit magnesium (Mg) berfungsi sebagai *wetting agent* untuk meningkatkan pembasahan antara matrik dan penguat dengan cara menurunkan tegangan permukaan antara keduanya dan menghaluskan butiran kristal secara efektif pada alumunium. Selain itu Mg juga meningkatkan ketahanan terhadap korosi paduannya namun menurunkan sifat mampu cor dan meningkatkan kekuatan serta kekerasan. Penambahan magnesium (Mg) digunakan untuk meningkatkan daya lekat dan mampu basah antar material komposit dan menghaluskan butir, Mg yang digunakan jenis Mg dengan kadar kemurnian sebesar 98,5%, supaya paduan cepat tercampur dan magnesium (Mg) yang digunakan berupa serbuk (Prabowo, 2016).



Gambar 2.4 Serbuk Magnesium (Prabowo, 2016).

2.5 Komposit Material

Material padat dikelompokkan menjadi 3 klasifikasi dasar yaitu logam, keramik, dan polimer akan tetapi 3 jenis material tersebut dapat dikombinasikan menjadi sebuah material yang disebut material komposit. Material komposit merupakan teknologi rekayasa material hasil kombinasi makroskopik dari dua atau lebih komponen yang berbeda, dengan tujuan mendapatkan sifat – sifat fisik dan mekanis tertentu yang lebih baik daripada sifat masing – masing komponen penyusunnya (Sari, 2018). Dengan adanya perbedaan dari material penyusunnya maka komposit antara material harus berikatan dengan kuat, sehingga perlu adanya penambahan *wetting agent* yang memiliki kemampuan untuk membasahi serat (penguat) yang terjadi akibat adanya interaksi antara molekul dari kedua material tersebut (Prabowo, 2016). Berdasarkan matriknya komposit diklasifikasikan menjadi 3 kelompok yaitu komposit matrik polimer, komposit matrik logam, dan komposit matrik keramik. Komposit matrik keramik merupakan material 2 fasa dengan 1 fasa berfungsi sebagai *reinforcement* dan 1 fasa sebagai matriks, dimana matriksnya terbuat dari keramik. *Reinforcement* yang umum digunakan pada CMC adalah oksida, carbide, dan nitrid. Pada CMC kekuatan meningkat seiring dengan peningkatan fraksi volume partikel terdispersi dan akan menurun seiring menurunnya fraksi volume partikel terdispersi kekuatan juga dipengaruhi oleh jarak partikel. Sifat yang dihasilkan keramik matrik komposit adalah (substech.com) :

1. Kekuatan mekanik tinggi pada temperatur tinggi
2. Resistansi *thermal shock* tinggi
3. Kekakuan tinggi

4. Ketangguhan tinggi
5. Stabilitas termal yang tinggi
6. Ketahanan korosi yang tinggi

Kualitas ikatan antarmuka (kompaktibilitas) akan semakin meningkat seiring dengan meningkatnya nilai modulus elastisitas. Nilai modulus elastisitas ini didapatkan dengan menggunakan *Rule Of Mixture* (ROM) yang dinyatakan dengan persamaan (Anugraha dan Widyastuti, 2014) :

$$E = 22.000 (f_{cm}/10)^{0,3}$$

E : Modulus Elastisitas (GPa)

f_{cm} : *Compressive Strength* (MPa)

2.6 Biomaterial

Biomaterial adalah material yang ditanam di dalam tubuh manusia untuk mengganti jaringan organ tubuh yang terserang penyakit, rusak atau cacat baik berasal dari makhluk hidup maupun yang sintetik. Biomaterial membutuhkan pemahaman mendasar dari sifat – sifat material secara umum, biomaterial alami terbagi atas *allograft* (tulang manusia), *xenograft* (tulang sapi), dan *autograft* (tulang dari pasien yang sama) (Dewi, 2009). Biomaterial dibagi menjadi 5 jenis (indonesiastudent.com, 2018) :

1. Biotoleran adalah material yang dapat bertahan tanpa memberikan efek atau kerusakan pada jaringan tubuh. Biasanya akan muncul jaringan tipis yang membungkus material ini sebagai antarmuka dengan jaringan atau susunan tubuh.

2. *Bioinert* dapat diartikan sebagai suatu bentuk reaksi dalam pembentukan fibrous oleh jaringan tubuh manusia pada susunan atau permukaan biomaterial.
3. Bioaktif adalah suatu ikatan secara langsung dalam biokimia dan juga biologis pada antarmuka biomaterial dan juga tulang induk melalui proses lapisan apatit biomaterial.
4. Biotoleran dan *bioinert*, contohnya seperti logam dan karbon yang biasanya disebut dengan istilah implan alasannya karena ketika ditanamkan ke jaringan tubuh manusia, material jenis ini ini tidak akan pernah menyatu dengan jaringan tubuh.
5. Material Kalsium fosfat yang sering digunakan dalam bidang ortopedi dan kedokteran gigi sebagai material pengganti tulang. Cara yang digunakan adalah dengan memberikan mineral tulang pada bagian yang sudah mengalami kerapuhan melalui suntikan suspensi atau koloid mineral atau hormon ke tulang pada bagian yang rapuh yaitu *Injectable bone substitute*.

2.7 *Self propagating High temperature Synthesis (SHS)*

Self propagating High temperature Synthesis (SHS) merupakan sintesis pembakaran terkontrol yang sudah dimanfaatkan oleh banyak negara, SHS memanfaatkan reaksi solid eksotermik antara komponen dalam bentuk serbuk untuk menghasilkan material khusus dengan pembakaran suhu tinggi yang dikontrol. Dalam metode SHS ini sangat memanfaatkan reaksi eksoterm, reaksi eksoterm adalah reaksi yang menjelaskan pelepasan kalor dari sistem ke lingkungan

(ardra.biz, 2018). Pada metode SHS reaksi eksotermik berupa pembebasan energi panas yang berfungsi dalam pembentukan ikatan antar permukaan karena energi panas yang diberikan akan masuk kedalam cetakan khusus SHS sehingga terjadi pembakaran yang terkontrol yang akan mempermudah ikatan antar permukaan yang terbentuk.

Metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS) dilakukan dengan cara pemanasan pada suhu tinggi yang mengakibatkan pembakaran terkontrol pada sampel yang berada dalam sebuah cetakan khusus temperatur SHS bisa mencapai 3.000⁰C. Metode SHS memiliki prinsip dasar penghapusan keseluruhan atau sebagian dari suplai energi eksternal dan pemanfaatan dari panas internal yang dilepaskan dalam reaksi kimia, kemudian realisasi dari reaksi pembakaran secara cepat dan alami yang menghasilkan produk dan struktur khusus sesuai yang diinginkan, dan kontrol laju proses, temperatur, derajat perubahan dan komposisi dan struktur dari produk dengan variasi pada laju pelepasan panas dan transfer (X Galina dan V George, 2000). Salah satu material yang biasa diproduksi dengan metode SHS adalah komposit, keadaan fasa pada sebelum dan sesudah SHS dibagi menjadi 3 yaitu *full solid*, *solid liquid*, dan *liquid liquid*. Pada kondisi *full solid* porositas dari produk SHS yang dihasilkan memiliki nilai yang tinggi sebesar lebih dari 50%. Nilai porositas yang tinggi ini menjadikan sebuah kerugian dari SHS jika material hasil SHS ingin dimanfaatkan untuk material tidak berpori maka untuk mengurangi nilai porositas perlu dilakukannya penekanan eksternal (Amosov, 2017). SHS merupakan metode baru dan sederhana untuk membuat keramik maju tertentu, komposit dan senyawa intermetalik metode ini mendapat

banyak perhatian sebagai alternatif teknologi tungku konvensional. Panas yang dilepaskan dari reaksi serbuk logam dengan oksigen di hadapan oksida logam yang lain maka setelah pembakaran awal dari sumber panas eksternal reaksi tersebut mampu beregenerasi sendiri dan menghasilkan suhu tinggi yang cukup untuk sintesis produk keramik yang diinginkan (Pramono, 2016).



Gambar 2.5 Modifikasi SHS Menggunakan *Furnace* dan Mesin *Press* (Pramono, 2016).

2.8 Biomaterial

Definisi biomaterial menurut *American National Institute of Health* adalah kombinasi material apapun kecuali obat – obatan baik itu sintesis ataupun alami yang dapat digunakan dalam jangka waktu tertentu yang dapat menambah atau menggantikan sebagian ataupun secara utuh jaringan atau organ untuk meningkatkan kualitas hidup manusia (Bergmann, dan Stumpf, 2013). Permintaan dan penggunaan biomaterial berbasis logam meningkat tajam akhir-akhir ini. Perubahan piramida umur penduduk dunia dengan meningkatnya jumlah penduduk

dunia yang lanjut usia serta tingginya angka kecelakaan baik darat, laut dan udara merupakan sebab utama peningkatan tersebut. Sebagai gambaran, permintaan dan penggunaan biomaterial dari logam mencapai US\$ 212,8 juta pada tahun 2008, bahkan penggunaan biomaterial dari logam sebagai pengganti tulang pangkal paha akan mencapai jumlah 272.000 buah pada tahun 2030.

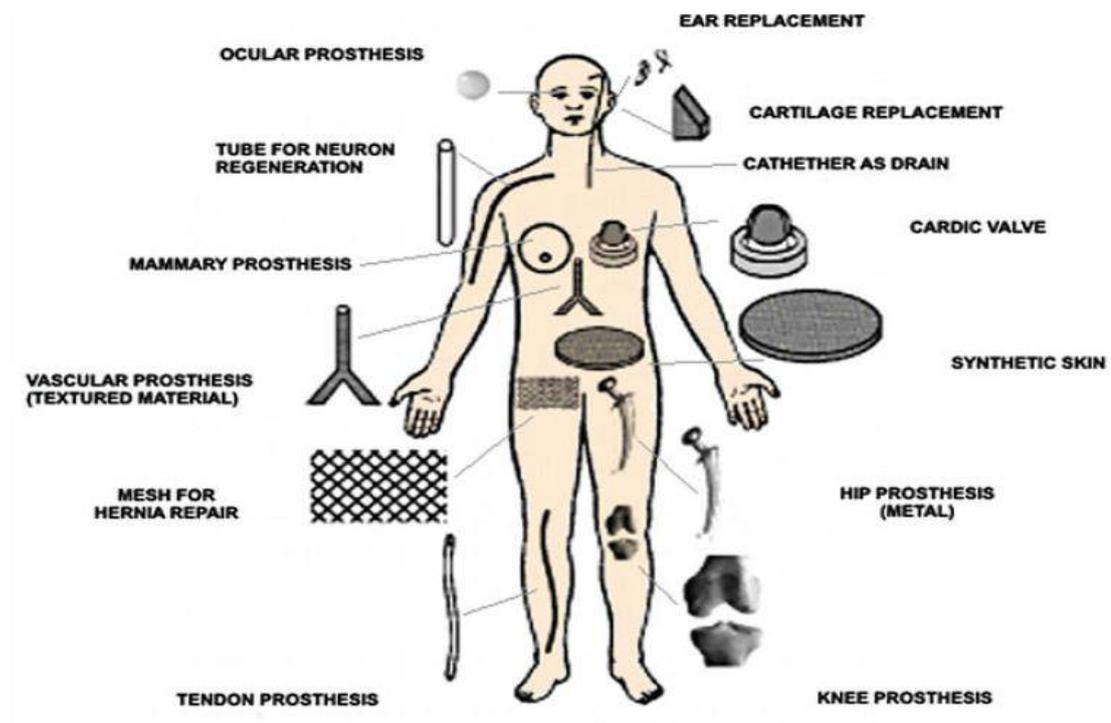
Berdasarkan reaksi jaringan tubuh terhadap biomaterial, biomaterial dikelompokkan menjadi 3 kelompok yaitu:

1. *Biotolerant*, merupakan material yang dipisahkan dari jaringan tulang dengan lapisan jaringan berserat
2. *Bioactive*, merupakan material yang memiliki sifat untuk membangun ikatan kimia dengan jaringan tulang yang dikenal sebagai osteointegrasi. Fasa kolagen dan mineral yang berdekatan dengan tulang dapat diendapkan langsung pada permukaan implan.
3. *Bioinert*, material ini memungkinkan pada kondisi tertentu dapat kontak langsung dengan jaringan tulang yang berdekatan, dan tidak terjadi reaksi antara material implan dengan jaringan tubuh.

Kebanyakan dari biomaterial digunakan untuk gigi dan pengganti tulang atau ortopedik. Biomaterial sebagai pengganti tulang atau gigi ini bersifat permanen sehingga logam dan *alloy* yang mempunyai ketahanan korosi yang tinggi yang bisa digunakan. Pada umumnya biomaterial dapat diklasifikasikan menjadi 4, yaitu: biomaterial logam, *biopolymer*, biokeramik, dan biokomposit. Material yang mempunyai sifat biokompatibel yang paling baik adalah biokeramik (Novivana dkk, 2012), namun pemasangan implan untuk bagian yang cedera seringkali

memberikan efek yang tidak nyaman pada tubuh manusia yang disebabkan karena kerapuhan dan kurangnya *biological properties* khususnya pada material implant yang menggunakan *bioceramic materials* (Fahami dkk, 2016).

Berikut ini gambar 2.5 bagian tubuh dan biomaterial yang dapat digunakan pada bagian tersebut:

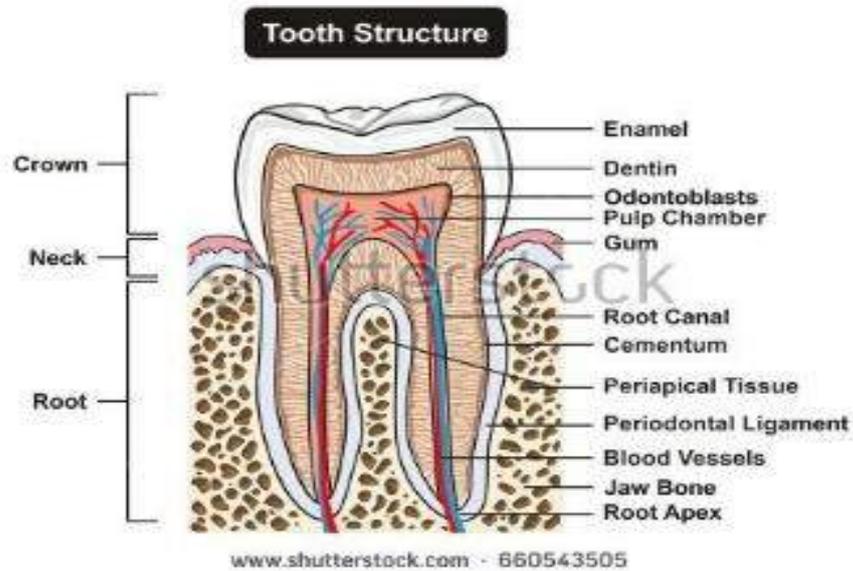


Gambar 2.6 Contoh Material Biomedik (Bergmann, dan Stumpf, 2013).

Contoh biomaterial lain adalah dentin yang merupakan bagian yang terluas dari struktur gigi yang meliputi seluruh panjang gigi mulai dari mahkota hingga akar. Terletak di bawah enamel pada bagian mahkota dan terletak di bawah sementum pada bagian akar serta mengelilingi pulpa. Sejumlah 70% bahan anorganik dentin berupa kristal kalsium hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), kristal hidroksiapatit ini mirip dengan yang ditemukan pada enamel tetapi dengan persentase yang lebih rendah sehingga dentin lebih lunak dibandingkan dengan

enamel. Dentin pada mahkota gigi dilapisi oleh enamel sedangkan dentin pada akar gigi dilapisi oleh sementum. Berdasarkan waktu pembentukannya dentin dapat dibagi atas tiga macam yaitu: dentin primer, dentin sekunder, dan dentin tertier (Nasution, 2016).

Dentin primer adalah dentin yang dibentuk sewaktu masih dalam kandungan. Bagian ini merupakan bagian dentin yang paling keras belum termineralisasi dan berada langsung di bawah lapisan email. Pada bagian ini terdapat mantel dentin yang dibawahnya terdapat sirkumpulpa dengan ketebalan sekitar 6-8 mm pada area mahkotanya, dentin sirkumpulpa menjadi bagian terbesar dentin primer. Dentin sekunder (*irregular dentin*) merupakan dentin yang mengisi sepanjang dinding terluar dari pulpa. Pembentukan dentin sekunder lebih lambat dan termineralisasi lebih sedikit dibandingkan dentin primer. Pada beberapa gigi seperti pada gigi molar, dentin sekunder terdeposisi lebih banyak pada atap dan lantai kamar pulpa dibandingkan pada sisi sampingnya hal ini dikarenakan untuk melindungi pulpa dari tekanan oklusal. Proses pembentukan dentin sekunder menyebabkan ruang saraf berubah volumenya menjadi semakin kecil. Dentin tertier (*reparative dentin*) adalah dentin yang terbentuk karena proses pelubangan gigi yang perlahan mencapai dentin dan merusaknya dentin tertier terbentuk untuk mengganti jaringan dentin yang dirusak oleh proses pelubangan gigi tersebut. Pada kasus pelubangan yang cepat dentin tertier ini tidak dapat mengimbangnya maka terbentuklah lubang gigi pada bagian dentin yang selanjutnya mengarah ke pulpa atau ruang saraf gigi.



Gambar 2.6 Strukur Gigi Manusia (shutterstock.com)

Dentin tertier juga dapat terbentuk karena adanya rangsangan terhadap odontoblast pada perawatan endodontic seperti *pulp capping direct* atau amputasi vital (Nasution, 2016). Dentin memiliki elastisitas yang rendah, memiliki tahanan kompresi dan tensilnya yang lebih rendah dari email. Hasil penelitian menunjukkan perbedaan nilai kekerasan yang berbeda dari dentin berkisar 47-58 HV (Nasution 2016) 28,55 – 81,57 HV (Yudyanto, 2016) atau 19,70 HV (Cirano, 2004).

BAB III

EKSPERIMEN PENELITIAN

Tahapan proses eksperimen yang dilakukan dalam penelitian serta alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

3.1 Alur Proses Kalsinasi Tulang Sapi menjadi HAp

3.1.1 Preparasi Tulang Sapi

Eksperimen menggunakan bahan dasar limbah tulang sapi yang didapat dari tempat pemotongan daging di pasar daerah Cilegon – Serang dan sekitarnya. Tulang sapi kemudian direbus selama 2 jam untuk menghilangkan lemak, setelah direbus selama 2 jam tulang sapi dicuci menggunakan air bersih untuk membersihkan lemak yang masih menempel pada tulang. Untuk memaksimalkan pembersihan lemak pada tulang sapi, tulang sapi direbus kembali selama 2 jam dan setelah itu kembali dibersihkan menggunakan air bersih. Selanjutnya tulang sapi dikeringkan dengan cara dijemur secara alami dengan memanfaatkan panas matahari selama 8 jam. Tulang sapi yang sudah kering kemudian dipotong menjadi bagian lebih kecil dengan menggunakan gerinda. Hasil dari gerinda berupa tulang sapi yang lebih kecil selanjutnya dilakukan proses kalsinasi. Kalsinasi tulang sapi menggunakan *muffle furnace* dilakukan pada temperatur 850⁰C selama 2 jam. Tulang sapi hasil kalsinasi kemudian *dimilling* menggunakan *discmill* selama 20 detik dan didapatkan serbuk hidroksiapatit.

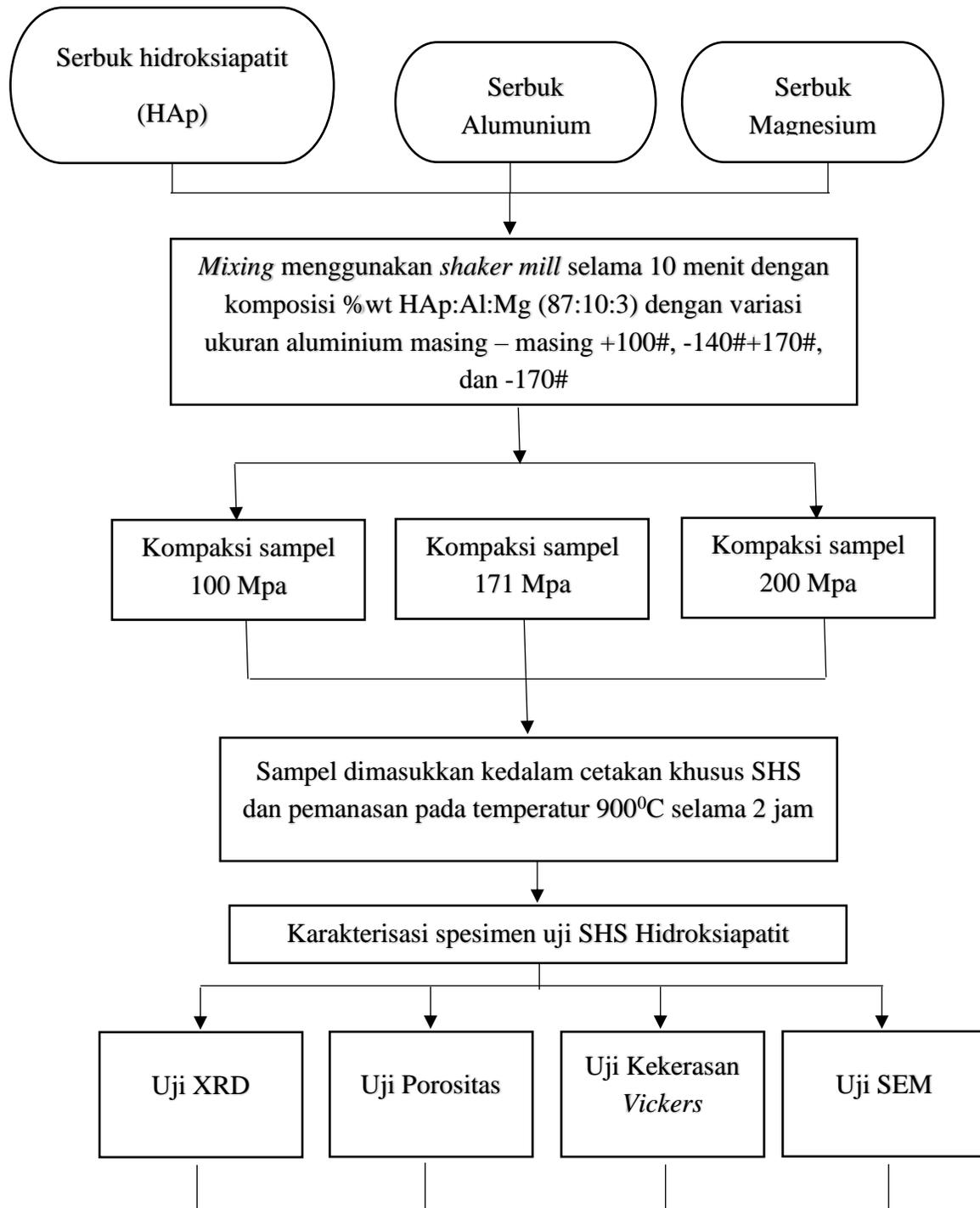
3.1.2 Alur Proses Preparasi Kaleng

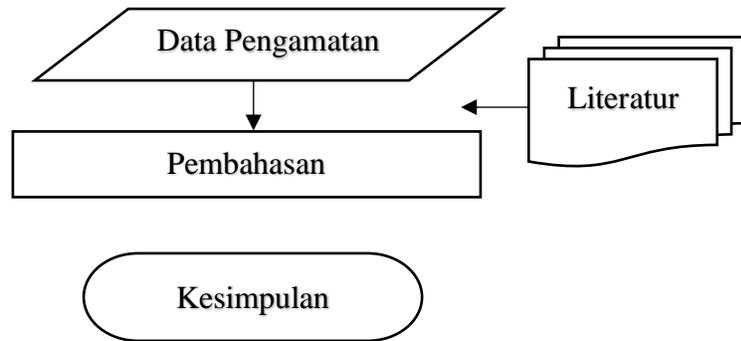
Pada Eksperimen pengolahan limbah kaleng menggunakan bahan berupa limbah kaleng minuman *softdrink*, yang mengandung alumunium. Kaleng minuman dipotong kecil – kecil sebesar 1 x 1 cm kemudian *dimilling* menggunakan *discmill* selama 15 menit dengan perbandingan waktu on 1 menit dan waktu off 2 menit sehingga akan menghasilkan serbuk alumunium. Serbuk alumunium kemudian diayak dengan ukuran ayakan 100#, 140#, dan 170# untuk mendapatkan serbuk aluminium dengan fraksi ukuran +100#, -140#+170#, dan -170#.

3.1.3 Diagram Alir Eksperimen Percobaan SHS

Serbuk HAp, serbuk alumunium, dan serbuk magnesium menggunakan perbandingan persen berat (87%:10%:3%) dengan variasi ukuran serbuk alumunium masing – masing sebesar +100#, -140#+170#, dan -170# dilakukan proses *mixing* menggunakan *shaker mill* selama 10 menit. Kemudian serbuk hasil *mixing* dimasukkan kedalam cetakan kompaksi untuk dilakukan proses kompaksi dengan variasi penekanan masing – masing 100Mpa, 171Mpa, dan 200Mpa. Setelah kompaksi sampel dimasukkan kedalam cetakan khusus SHS dan dipanaskan didalam *furnace* pada temperatur 900°C selama 2 jam hingga membentuk sampel SHS. Sampel SHS kemudian dikeluarkan dari *furnace* dan cetakkan. Selanjutnya sampel hasil SHS dilakukan uji porositas dengan metode archimedes, uji kekerasan menggunakan *Vicker hardness*, uji XRD, dan uji SEM. Sebelum dilakukan proses pengujian sampel

dipreparasi terlebih dahulu dengan melakukan pengamplasan untuk menghilangkan lapisan pengotor yang menutupi permukaan. Disajikan pada **gambar 3.1**





Gambar 3.1 Diagram Alir Percobaan SHS

3.2 Prosedur Percobaan

3.2.1 Proses Preparasi Tulang Sapi

1. Persiapan Tulang sapi.
2. Tulang sapi direbus selama 2 jam untuk menghilangkan lemak kemudian dicuci menggunakan air bersih.
3. Tulang sapi direbus kembali selama 2 jam kemudian dicuci menggunakan air bersih.
4. Tulang sapi dikeringkan dengan cara dijemur dibawah panas matahari selama 8 jam.
5. Tulang sapi dipotong menjadi bagian yang lebih kecil menggunakan gerinda.
6. Tulang sapi dikalsinasi menggunakan *muffle furnace* pada temperature 850°C selama 2 jam.
7. Tulang sapi di *milling* menggunakan *discmill* selama 20 detik dan didapatkan serbuk hidroksiapatit.

3.2.2 Proses Preparasi Kaleng

1. Kaleng minuman disiapkan.
2. Kaleng dipotong kecil – kecil sebesar 1 x 1 cm.
3. Kaleng *dimilling* menggunakan *discmill* selama 15 menit dan menghasilkan serbuk alumunium.
4. Serbuk Al diayak dengan ukuran ayakan 100#, 140#, dan 170# untuk mendapatkan fraksi ukuran +100#, -140#+170#, dan -170#.

3.2.3 Prosedur Percobaan SHS

1. Serbuk hidroksiapatit, alumunium, dan magnesium disiapkan.
2. Serbuk hidroksiapatit, alumunium, dan magnesium ditimbang dengan perbandingan persen berat (87%:10%:3%) dengan variasi ukuran serbuk alumunium masing – masing +100#, -140+170#, dan -170#.
3. Serbuk *dimixing* menggunakan *shaker mill* selama 10 menit.
4. Serbuk dimasukkan kedalam cetakan kompaksi dan dikompaksi dengan variasi tekanan masing – masing 100Mpa, 171Mpa, dan 200Mpa.
5. Sampel dipanaskan didalam *muffle furnace* menggunakan cetakan khusus SHS pada temperatur 900⁰C selama 120 menit.
6. Sampel dikeluarkan dari *furnace* pada temperatur ruang *furnace*.
7. Sampel dikeluarkan dari cetakan khusus SHS.

8. Sampel dipreparasi dengan cara diampelas sebelum dilakukan pengujian.
9. Sampel dilakukan uji porositas, uji kekerasan, XRD, dan SEM.

3.2.4 Prosedur Pengujian

Sampel SHS yang telah dibuat kemudian dilakukan pengujian dan pengamatan. Adapun pengujian dan pengamatan yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

3.2.4.1 Pengujian Porositas

1. Sampel yang telah dipreparasi disiapkan.
2. Sampel dikeringkan didalam *oven* selama 12 jam.
3. Sampel ditimbang di temperatur ruang dan udara bebas kemudian dicatat massanya sebagai massa kering (Mk).
4. Disiapkan gelas *beaker* yang telah diisi air kemudian dipanaskan hingga mendidih.
5. Sampel dimasukkan kedalam gelas *beaker* dan direndam selama 2 jam.
6. Disiapkan gelas beaker yang telah diisi air.
7. Sampel dimasukkan kedalam gelas *beaker* dan direndam selama 24 jam.
8. Sampel ditimbang dalam keadaan mengambang didalam air kemudian dicatat massanya sebagai massa dalam air (Ma).
9. Sampel dikeringkan menggunakan kain flannel.

10. Sampel ditimbang kembali massanya kemudian dicatat sebagai massa jenuh (M_j).
11. Nilai porositas dari sampel dihitung menggunakan persamaan

$$\% \text{Porositas} = \frac{M_j - M_k}{M_j - M_a} \times 100\% \dots\dots\dots(3.1)$$

3.2.4.2 Pengujian Kekerasan (Uji *Vickers Hardness*) standar ASTM E92

1. Mesin uji *micro hardness tes* tipe LM 100AT digunakan untuk uji kekerasan.
2. Sampel yang telah dipreparasi disiapkan.
3. Sampel dimasukkan kedalam wadah kemudian diletakkan dibawah mikroskop.
4. Nilai kekerasan sampel secara *automatic* akan ditunjukkan pada indikator alat yang telah dihubungkan dengan lensa mikroskop sehingga terlihat jelas bekas indentasi dari *indentor vickers*.

3.2.4.3 Karakterisasi *X-Ray Diffraction*

Pengujian karakterisasi ini digunakan alat uji *X-ray diffraction* (XRD Smartlab, Rigaku) menggunakan anoda x-ray berupa *copper* (tembaga) dengan 2θ dari 10 sampai 90° . Karakterisasi x-ray ini digunakan bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk terutama fasa dari hasil proses sampel SHS diharapkan terbentuknya fasa hidroksiapatit, alumunium, dan magnesium setelah dilakukan proses sintering.

3.2.4.4 Pengamatan Struktur Mikro

Pengamatan morfologi permukaan secara mikro pada sampel SHS dilakukan dengan pengamatan melalui alat uji *Scanning Electron Microscope*. Sebelum diamati sampel dipreparasi sehingga hasil visual permukaan sampel SHS dapat diamati dengan baik. Pengamatan struktur mikro ini bertujuan untuk mengetahui fenomena pada permukaan sampel SHS seperti ikatan antar permukaan, porositas, dan fenomena lainnya.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat yang Digunakan

Alat yang digunakan selama penelitian adalah :

1. *Discmill*
2. *Shaker mill*
3. *Screener 100#, 140#, 170#*
4. *Muffle furnace*
5. *Tube furnace*
6. *Moulding kompaksi*
7. *Moulding SHS*
8. *Stopwatch*
9. Timbangan digital
10. Amplas
11. Gunting

12. Mesin *press*
13. *X- ray diffraction*
14. *Scanning Electron Microscope*
15. Uji *Vickers hardness*
16. Gelas *beaker*
17. *Stirrer*
18. *Oven*
19. Statif
20. Spatula

3.3.2 Bahan yang Digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

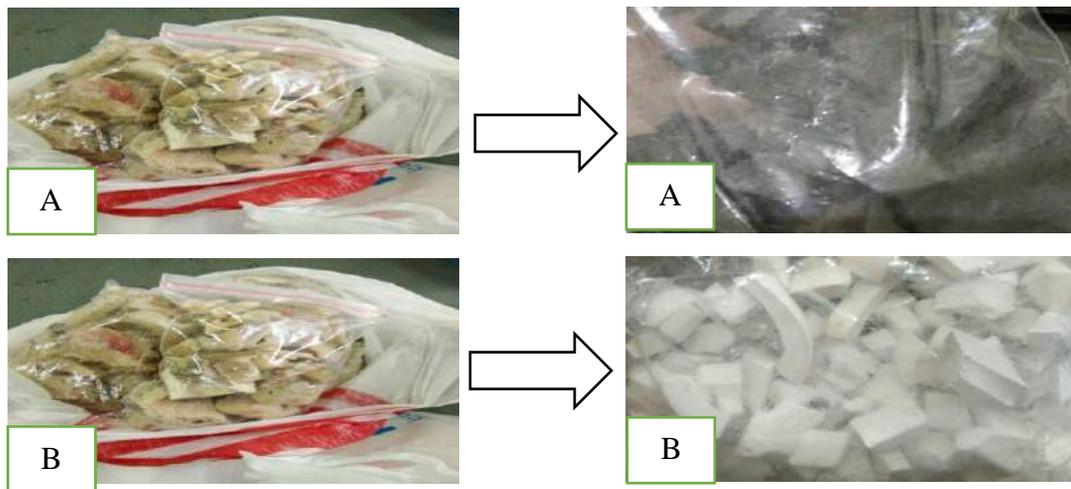
1. Tulang sapi
2. Kaleng minuman
3. Etanol
4. Aquades
5. Magnesium

BAB IV

PEMBAHASAN

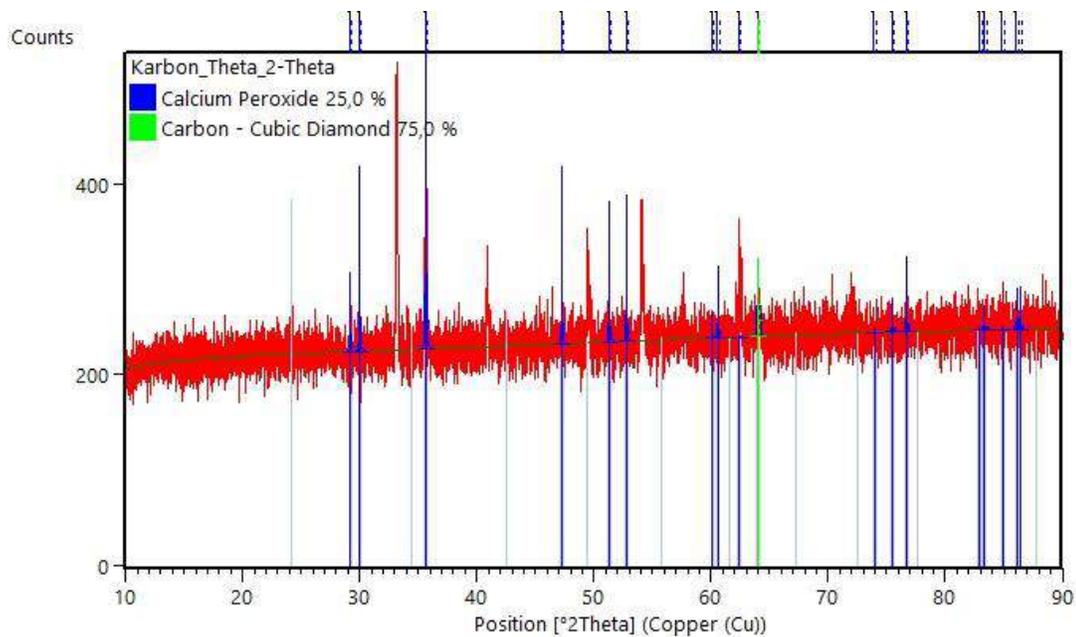
4.1 Karakterisasi Awal

Hasil dari eksperimen merupakan jenis komposit bermatriks ceramic, atau disebut *ceramic matriks composites* (CMC) menggunakan metode SHS, bahan berupa limbah tulang sapi yang berperan sebagai matrik, limbah kaleng minuman sebagai *reinforce* atau penguat, dan serbuk magnesium sebagai pembasah / *wetting agent*. Penelitian ini diawali dengan preparasi bahan limbah tulang sapi melalui proses kalsinasi yang selanjutnya akan dikarakterisasi awal menggunakan XRD.



Gambar 4.1 (A) Kalsinasi 850 °C 3 jam 30 menit (B) Kalsinasi 850 °C 2 jam

Dalam proses kalsinasi dilakukan percobaan pada dua kondisi yang berbeda dimana pada kondisi pertama kalsinasi dilakukan pada temperatur 850 °C selama 3 jam 30 menit menggunakan *tube furnace* dengan *inert* gas nitrogen sebesar 2 cc/menit. Pada kondisi ini setelah proses kalsinasi dilakukan didapat berupa tulang sapi yang terbakar atau telah menjadi arang dapat dilihat pada gambar 4.1 (A) jika dilihat secara visual dari bentuk dan warnanya yang berwarna hitam mengidentifikasi bahwa tulang sapi telah berubah menjadi karbon yang didukung dari data hasil XRD yang diolah menggunakan *software High Score Plus* (HSP) pada gambar 4.2

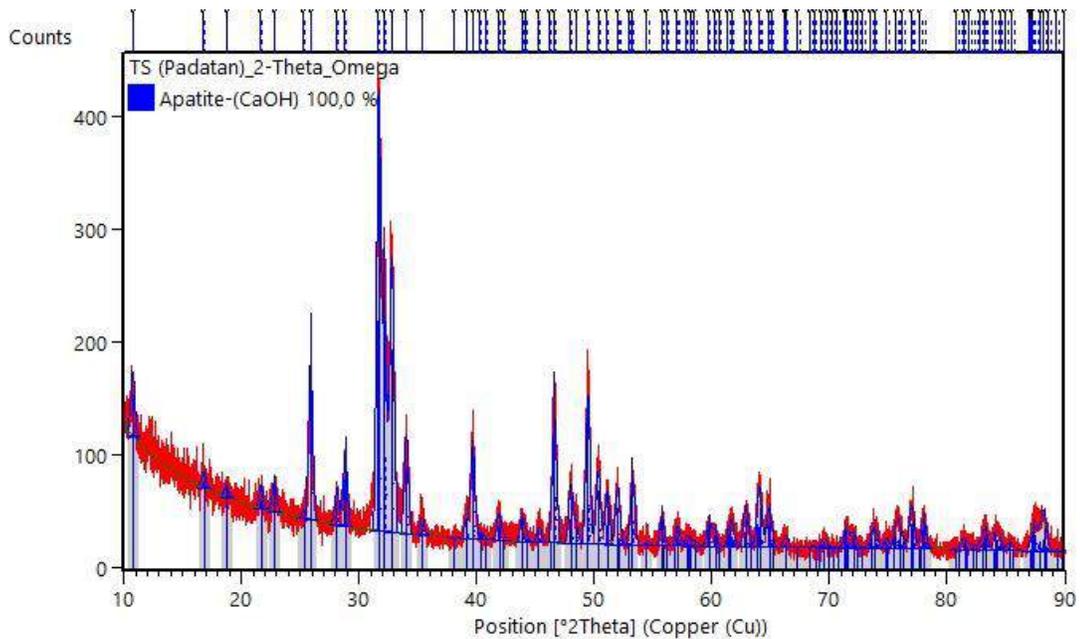


Gambar 4.2 Hasil XRD Kalsinasi Tulang 850 °C 3 jam 30 menit

Dari data hasil XRD pada gambar 4.2 fasa yang terbentuk dari hasil kalsinasi tulang sapi adalah *calcium peroxide* dan karbon karena terbentuknya fasa inilah yang mengakibatkan hidroksiapatit tidak terbentuk. Hal ini disebabkan pada saat kalsinasi proses pembakaran kekurangan kadar oksigen sehingga menyebabkan proses pirolisis

pada tulang sapi, pirolisis terjadi karena pada proses pemanasan tanpa atau sedikit adanya oksigen yang bisa mengakibatkan karbonisasi (Dahi, 2015) dan dari data XRD pada gambar 4.2 menghasilkan struktur kristal yang amorf. Pada percobaan ini tidak sesuai dengan literatur yang ada dimana tulang sapi hasil kalsinasi harusnya berwarna putih sesuai dengan warna dari hidroksiapatit (Fadhilah, 2016).

Pada kondisi yang kedua kalsinasi dilakukan pada temperatur 850⁰C selama 2 jam menggunakan *muffle furnace* tanpa gas *inert* nitrogen dan pada kondisi ini setelah proses kalsinasi dilakukan hasil yang didapat berupa tulang sapi yang berwarna putih dapat dilihat pada gambar 4.1 (B). Selain hasil dari kalsinasi ini berwarna putih tulang sapi yang sebelum proses kalsinasi dilakukan tadinya lengket karena masih banyak mengandung lemak telah menjadi kering atau dapat disimpulkan lemak – lemak yang menempel pada tulang sudah tereduksi. Warna putih juga menunjukkan hidroksiapatit yang paling stabil jika dibandingkan dengan warna seperti abu – abu dan hitam nilai Ca/P hidroksiapatit berwarna putih sebesar 1,696 yang mendekati nilai Ca/P stoikiometri hidroksiapatit sebesar 1,67 (Manalu, 2015) dan untuk lebih memastikan bahwa hidroksiapatit telah terbentuk dapat dilihat dari analisa data XRD menggunakan *software* HSP pada gambar 4.3. Pada gambar 4.3 menunjukkan bahwa tulang sapi hasil kalsinasi teridentifikasi membentuk fasa hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) adapaun fasa hidroksiapatit yang terbentuk sebesar 100%. Dari hasil proses ini sesuai dengan literatur yang ada bahwa setelah kalsinasi dilakukan tulang sapi akan berwarna putih dan membentuk fasa hidroksiapatit (Fadhilah, 2016).



Gambar 4.3 Kalsinasi Tulang 850 °C 2 jam

Karena sudah terbentuk fasa hidroksiapatit selanjutnya tulang sapi akan *dimilling* dengan menggunakan *discmill* selama 20 detik hingga menjadi serbuk hidroksiapatit yang akan digunakan sebagai matrik dalam pembuatan sampel keramik matrik komposit SHS.

Dalam penelitian ini dilakukan juga preparasi limbah kaleng minuman sesuai prosedur yang telah dijelaskan pada bab 3 terlebih dahulu memotong kaleng minuman menjadi ukuran yang lebih kecil untuk kemudian dilakukan *milling*. Setelah kaleng minuman dipreparasi dan *dimilling* menggunakan *discmill* sehingga akan menghasilkan serbuk aluminium untuk selanjutnya dikarakterisasi awal menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk melihat kadar aluminium yang terkandung didalam serbuk dari hasil *milling* kaleng minuman. Data analisa XRF dapat dilihat pada tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil XRF Serbuk Alumunium

Unsur	Persentase (%)
Al	91,9 ± 1,5
Mn	3,2 ± 0,4
Si	2,8 ± 0,8
Fe	1,39 ± 0,19
Cu	0,62 ± 0,12
Ni	0,06 ± 0,02
Zr	0,03 ± 0,03
Ti	0,02 ± 0,09
Zn	0,01 ± 0,01

Berdasarkan analisis XRF diperoleh data kadar alumunium yang terkandung di dalam kaleng minuman sebesar $91,9 \pm 1,5\%$ dimana jika dibandingkan dengan literatur (Akrom dkk, 2010) kadar Al yang terkandung dalam minuman kaleng seharusnya sebesar 95% - 97%. Penurunan kadar Al yang terkandung didalam serbuk ini disebabkan karena dalam tahap preparasi kaleng minuman tidak dilakukan pengamplasan pada *body* kaleng sehingga pelapis yang melapisi kaleng minuman mempengaruhi kadar Al yang terkandung didalam kaleng minuman. Untuk mengatasi permasalahan penurunan kadar Al dari limbah kaleng minuman yang telah *dimilling* dan sudah menjadi serbuk aluminium dapat dilakukan proses *decoating* yang bertujuan

untuk menghilangkan cat atau polimer yang ada pada kaleng minuman. *Decoating* dilakukan pada suhu *sintering* 500°C dengan waktu tahan selama 30 menit dan dialiri gas nitrogen dengan tujuan mencegah oksidasi serta gas lain yang tidak diharapkan selama proses (Akrom dkk, 2010).

4.2 Hasil Percobaan

Percobaan pembuatan keramik matrik komposit menggunakan serbuk hidroksiapatit, alumunium, dan magnesium disiapkan untuk digunakan sebagai percobaan metode SHS dengan memperhatikan parameter yang digunakan hingga menghasilkan sampel keramik matrik komposit SHS. Proses pembuatan sampel keramik matrik komposit dilakukan di Lembaga Ilmu Penelitian Indonesia FISIKA (LIPI FISIKA) yang diawali dengan dilakukannya proses *mixing* material hidroksiapatit, alumunium, dan magnesium dengan menggunakan *shaker mill* yang bertujuan untuk homogenisasi. Selanjutnya akan dilakukan kompaksi yang bertujuan untuk memadatkan serbuk menjadi sampel dengan bentuk sesuai cetakannya dan juga menimbulkan kontak antara matrik dan *reinforce* sehingga memudahkan material untuk saling berikatan. Pada SHS sinter dengan temperatur proses dibawah 1.000 °C tidak akan bisa dilakukan tanpa adanya proses kompaksi (Pramono dkk, 2016). Setelah proses *mixing* dan kompaksi akan dilakukan proses SHS menggunakan *muffle furnace* pada temperatur 900 °C. Hasil percobaan menghasilkan sembilan sampel SHS dengan parameter ukuran partikel serbuk aluminium dan variasi besaran tekanan kompaksi. Dalam percobaan ini menghasilkan kenaikan kadar spinel dan aluminium oksida pada

sampel keramik matrik komposit dalam fraksi ukuran serbuk alumunium yang semakin halus dan dengan variasi besaran tekanan kompaksi yang semakin besar. Serta menghasilkan nilai porositas yang semakin kecil dan nilai kekerasan yang semakin besar pada sampel keramik matrik komposit dalam fraksi ukuran serbuk alumunium yang semakin halus dan dengan variasi besaran tekanan kompaksi yang semakin besar. Terbentuknya ikatan antar permukaan antara matrik dan *reinforce* pada sampel keramik matrik komposit menggunakan metode SHS yang ditunjukkan dari hasil XRD dan *scanning electron microscope*. Hasil percobaan berupa nilai kekerasan dan porositas dapat dilihat pada tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Percobaan Sampel SHS

Ukuran Partikel Al	Tekanan Kompaksi (MPa)	Kekerasan (HV)	Porositas (%)
+100#	100	8,36	34,36
	171	13,24	32,01
	200	15,68	26,71
-140#+170#	100	18,07	30,60
	171	22,15	29,45
	200	27,33	26,97
-170#	100	44,92	31,12
	171	34,52	28,58
	200	25,49	19,82

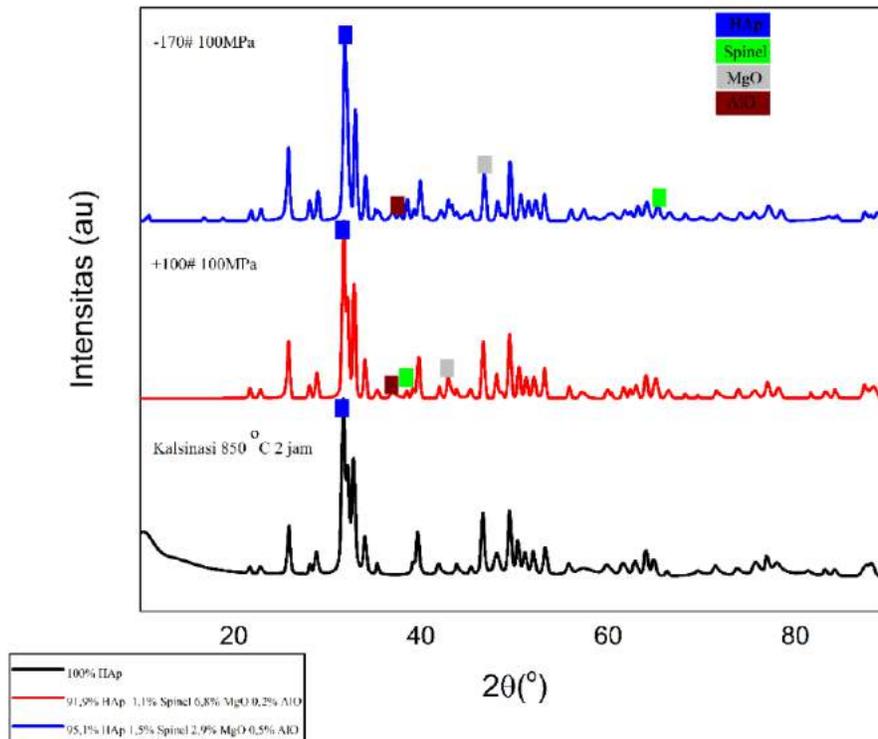
Pada tabel 4.2 nilai porositas dapat diperoleh dengan menggunakan perbandingan antara selisih massa sampel dikeringkan dikurang massa sampel setelah di *oven* dengan selisih massa sampel dikeringkan dikurang massa sampel mengambang didalam air atau dapat dilihat pada persamaan 3.1 yang tertera pada bab 3. Untuk nilai kekerasan merupakan hasil rata – rata dari tiga titik pada setiap sampel yang dilakukan indentasi dengan pembebanan 100 gf. Pada penelitian ini pengaruh variasi ukuran serbuk alumunium dan besaran tekanan kompaksi terhadap faktor kenaikan nilai kekerasan, penurunan nilai porositas, serta penyebaran alumunium, dan ikatan antar muka yang terbentuk antara matrik dan *reinforce* dalam sampel keramik matrik komposit hasil SHS.

Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan berdasarkan data yang ditunjukkan pada tabel 4.2 kondisi optimum pada proses pembuatan sampel keramik dengan metode SHS pada tiap parameter yaitu pada fraksi ukuran alumunium -170# dan besaran tekanan kompaksi 100MPa menghasilkan nilai kekerasan tertinggi sebesar 44,92 HV. Sedangkan untuk nilai porositas terendah sebesar 19,82% dihasilkan dari parameter fraksi ukuran alumunium -170# dan besaran tekanan kompaksi 200MPa. Jika dilihat nilai kekerasan tertinggi yaitu sebesar 44,92 HV pada parameter fraksi ukuran alumunium -170# dan tekanan kompaksi 100MPa ini sangat sesuai dengan nilai kekerasan *human teeth dentin* yang berkisar 28,55 – 81,57 HV (Yudyanto dkk, 2016) atau 19,70 HV (Cirano dkk, 2004).

4.3 Pengaruh Fraksi Ukuran Serbuk Al dan Tekanan Kompaksi terhadap Hasil XRD

Pengaruh fraksi ukuran sangat berpengaruh terhadap distribusi partikel dimana semakin kecil ukuran partikel kemungkinan terdistribusi merata akan lebih besar. Ukuran partikel juga menentukan kualitas material komposit karena semakin kecil ukuran partikel maka kualitas ikatannya semakin baik yang membentuk kerapatan yang relatif lebih tinggi (Oh Sung Tag dkk, 1998). Sedangkan besarnya tekanan kompaksi akan membantu proses homogenisasi komposit dan penataan ulang struktur mikro karena akan terjadi deformasi yang akan meminimalisir perbedaan kerapatan pada material komposit (Halverson dkk, 1989). Pengaruhnya terhadap hasil XRD dapat dilihat dari analisa data XRD pada gambar 4.4 dan 4.5 dijelaskan pada gambar 4.4 dan 4.5 menunjukkan hasil XRD yang membentuk fasa hidroksiapatit, spinel, alumunium *oxide*, dan magnesium *oxide*. Fasa alumunium dan magnesium berubah menjadi oksida dikarenakan pada proses SHS *furnace* yang digunakan tidak bersifat vakum dan juga tidak dialiri gas *inert* sehingga menyebabkan udara terjebak didalam *furnace* dan ikut bereaksi sehingga membentuk lapisan oksida (Aminatun dkk, 2014). Pengaruh perubahan alumunium menjadi alumunium *oxide* mengakibatkan nilai kekerasan sampel semakin tinggi dan juga memiliki ketahanan aus yang baik, alumunium *oxide* sering digunakan sebagai pengganti sendi buatan, implant gigi, implant koklea (alat bantu dengar), dan peralatan – peralatan medis. Meskipun magnesium berubah menjadi magnesium *oxide* perannya sebagai *wetting agent* tetap berjalan karena ditandai dengan adanya fasa baru berupa spinel $MgAl_2O_4$, spinel terbentuk karena pengelompokan dari

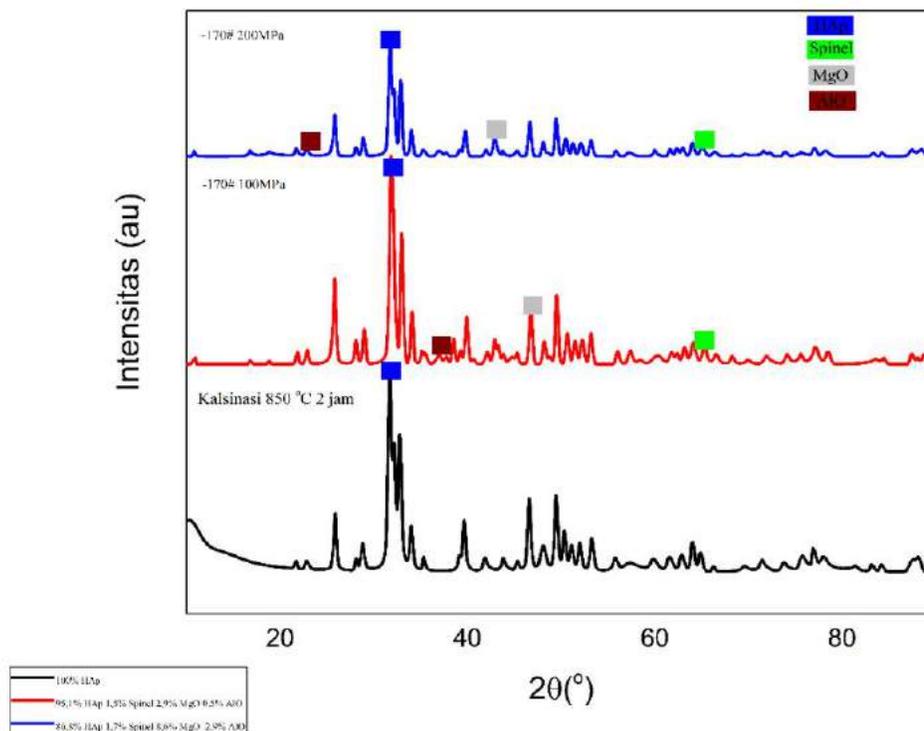
senyawa oksida yang memiliki struktur sangat mirip (Sutarno, 2007). Pembentukan fasa spinel $MgAl_2O_4$ akan mengalami peningkatan dengan semakin meningkatnya persentase volume aluminium *oxide*, lapisan spinel $MgAl_2O_4$ akan meningkatkan mampu basah (*wettability*) antara matrik dan *reinforce* karena fasa spinel yang terbentuk pada permukaan aluminium *oxide* menjai pengikat matrik HAp dengan *reinforce* aluminium.



Gambar 4.4 Grafik Perbedaan Hasil XRD berdasarkan Fraksi Ukuran

Jika dilihat dari perbandingan antara fraksi ukuran aluminium yang berbeda dengan tekanan kompaksi yang sama sebesar 100MPa hasilnya menunjukkan pada fraksi ukuran aluminium -170# fasa aluminium *oxide* yang terbentuk sebesar 0,5%

dan pada fraksi ukuran alumunium +100# fasa alumunium *oxide* yang terbentuk sebesar 0,2%. Peningkatan persentase volume alumunium *oxide* pada fraksi ukuran yang lebih halus disebabkan pengaruh distribusi partikel karena ukuran partikel yang semakin halus kemungkinan terdistribusi secara merata semakin besar sehingga pada proses pencampuran akan diperoleh distribusi yang homogen. Hal ini menunjukkan sesuai dengan literatur yang ada dimana semakin kecil ukuran partikel kemungkinan terdistribusi merata lebih besar sehingga akan diperoleh distribusi yang homogen (Oh Sung Tag, 1998).



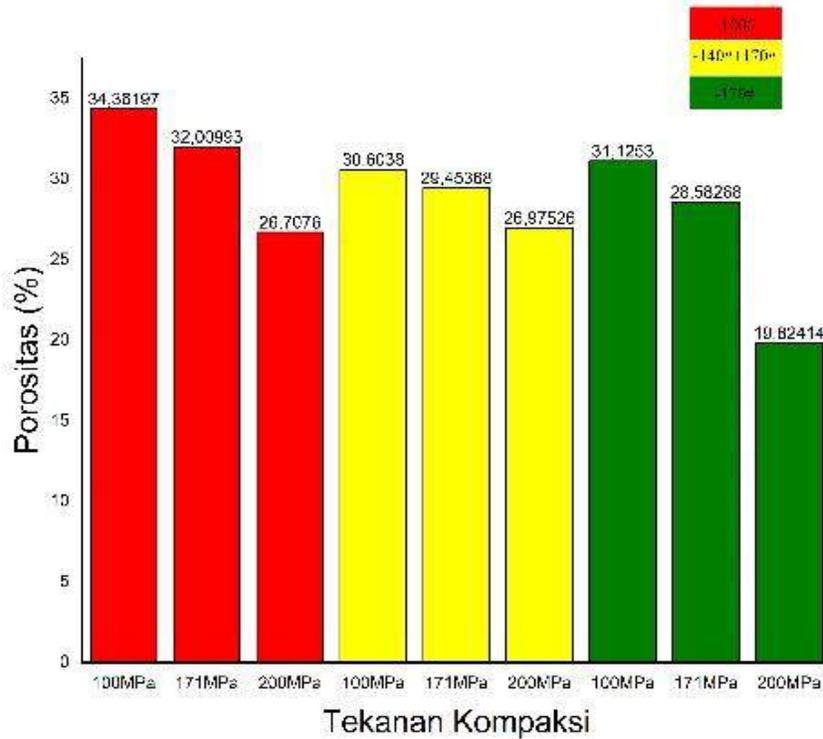
Gambar 4.5 Grafik Perbedaan Hasil XRD berdasarkan Tekanan Kompaksi

Sedangkan jika dilihat dari perbandingan antara fraksi ukuran yang sama sebesar -170# dengan tekanan kompaksi yang berbeda hasilnya menunjukkan pada tekanan kompaksi 200MPa fasa alumunium *oxide* yang terbentuk sebesar 2,9% dan pada tekanan kompaksi 100MPa fasa alumunium *oxide* yang terbentuk sebesar 0,5%. Peningkatan persentase volume alumunium *oxide* pada tekanan kompaksi yang semakin besar disebabkan gaya gesek antara partikel yang semakin besar sehingga kemungkinan partikel terdistribusi secara merata lebih besar dan diperoleh distribusi yang homogen pada saat proses SHS. Hal ini sesuai dengan literatur yang ada dimana tekanan kompaksi membantu homogenisasi dan penataan ulang struktur mikro karena semakin besar tekanan kompaksi semakin membantu proses homogenisasi dan meminimalisir perbedaan kerapatan (Halverson, 1989).

4.4 Pengaruh Fraksi Ukuran Serbuk dan Tekanan Kompaksi terhadap Nilai Porositas

Pengaruh fraksi ukuran partikel sangat penting dalam menentukan kualitas ikatan material komposit dimana semakin kecil ukuran partikel maka kualitas ikatannya semakin baik yang menghasilkan kerapatan relatif lebih tinggi sehingga akan mengurangi nilai porositas (Oh Sung Tag dkk, 1998). Penekanan kompaksi juga membantu proses homogenisasi pembuatan komposit karena jika homogenisasi semakin baik maka akan mengurangi nilai porositas. Selain itu karena tekanan yang diberikan akan mengakibatkan penataan ulang struktur mikro yang diakibatkan deformasi sehingga akan meminimalisir perbedaan kerapatan pada material komposit

dan menurunkan nilai porositas (Halverson dkk, 1989). Adapun nilai porositas dari setiap parameter yang dilakukan dapat dilihat pada gambar 4.6



Gambar 4.6 Grafik Hubungan Tekanan Kompaksi Terhadap Porositas dan Sampel SHS

Jika dilihat dari data pada gambar 4.6 pada parameter fraksi ukuran yang sama dan tekanan kompaksi yang berbeda, maka terlihat tekanan kompaksi yang semakin besar maka nilai porositas dan densitas yang dihasilkan semakin kecil. Sebagaimana telah dijelaskan bahwa semakin tinggi tekanan kompaksi yang diberikan maka akan sedikit porositas yang terbentuk karena tekanan kompaksi yang lebih tinggi menyebabkan interaksi antar gesekan partikel lebih tinggi sehingga mengurangi jumlah

nilai porositas (Anugraha dan Widyastuti, 2014). Selain itu tekanan kompaksi yang semakin besar akan menghasilkan gaya gesek yang lebih besar antara partikel komposit dan dinding cetakan kompaksi yang memungkinkan menghasilkan kerapatan yang tinggi sehingga memperkecil nilai porositas. Dan karena gaya gesek antara partikel yang semakin besar kemungkinan partikel terdistribusi secara merata lebih besar sehingga mempengaruhi terbentuknya porositas yang ada pada keramik matrik komposit. Sedangkan jika dilihat dari parameter fraksi ukuran yang berbeda dengan tekanan kompaksi yang sama, fraksi ukuran yang lebih halus akan menghasilkan nilai porositas yang semakin kecil karena ukuran partikel memiliki peran penting dalam menentukan kualitas ikatan komposit. Semakin kecil ukuran partikel akan menghasilkan kualitas ikatan komposit yang semakin baik karena ikatan yang baik ini maka akan menghasilkan kerapatan yang tinggi sehingga nilai porositas semakin kecil.

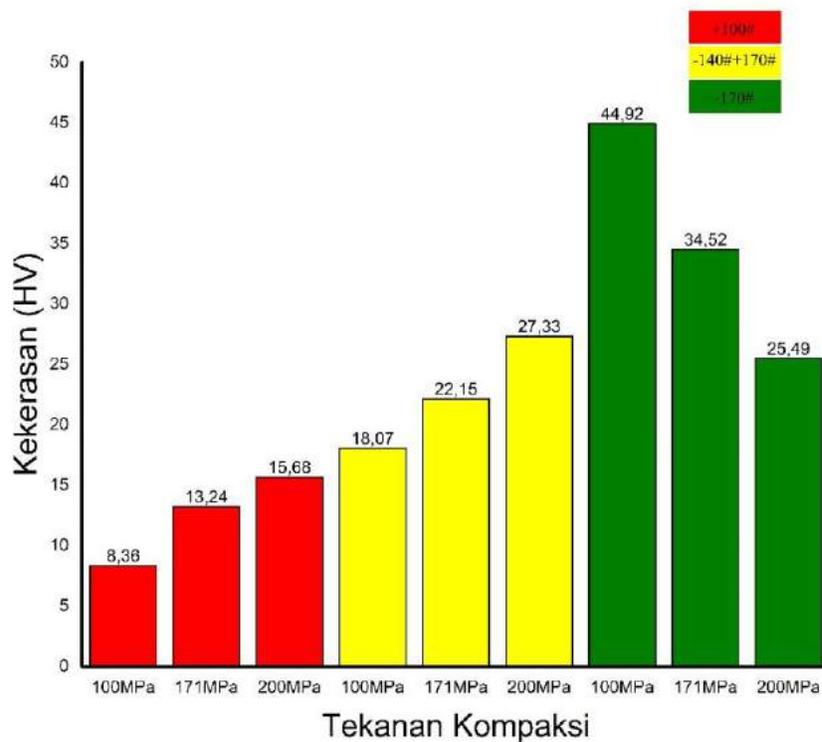
Akan tetapi pada tekanan kompaksi 200MPa nilai porositas ukuran serbuk alumunium +100# lebih kecil dari pada nilai porositas ukuran serbuk alumunium -140#+170# begitupun juga pada tekanan kompaksi 100MPa ukuran serbuk alumunium -170# dan -140#+170# hal ini bisa disebabkan karena pada kondisi ini kehomogenan ukuran serbuk yang lebih halus tidak lebih baik dari ukuran serbuk yang lebih kasar karena kehomogenan campuran bahan menentukan kualitas ikatan komposit adapun faktor – faktor yang mempengaruhi kehomogenan campuran adalah sebagai berikut :

1. Lamanya waktu pencampuran
2. Ukuran partikel

3. Jenis material
4. Temperatur

4.5 Pengaruh Fraksi Ukuran Serbuk Al dan Tekanan Kompaksi terhadap Nilai

Kekerasan



Gambar 4.7 Grafik Hubungan Tekanan Kompaksi Terhadap Kekerasan Sampel SHS

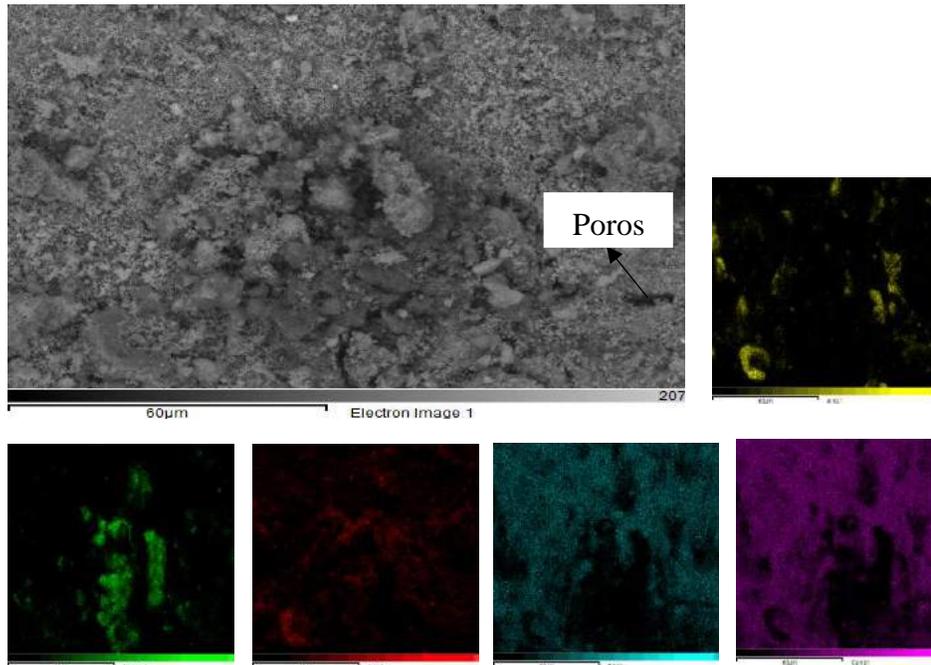
Pada gambar 4.7 menunjukkan grafik hubungan tekanan kompaksi terhadap kekerasan berdasarkan parameter fraksi ukuran dan besaran tekanan kompaksi. Dimana dapat dilihat berdasarkan grafik yang ada semakin kecil ukuran serbuk dan semakin besar tekanan kompaksi maka nilai kekerasan akan semakin tinggi. Hal ini

dikarenakan ukuran serbuk yang semakin halus dan tekanan kompaksi yang semakin besar akan membantu distribusi partikel secara merata serta membantu homogenisasi campuran untuk menghasilkan kualitas ikatan yang baik dan memperkecil nilai porositas sehingga meningkatkan nilai kekerasan (Anugraha dan Widyastuti, 2014) (Halverson dkk, 1989) (Oh Sung Tag dkk, 1998). Akan tetapi pada fraksi ukuran serbuk -170# pada besaran tekanan kompaksi yang berbeda tekanan kompaksi dengan 100MPa menghasilkan nilai kekerasan lebih tinggi yaitu sebesar 44,92HV dari pada tekanan kompaksi 200MPa yang memiliki nilai kekerasan sebesar 25,49HV. Fenomena ini disebabkan saat pengujian kekerasan karena uji keras yang digunakan adalah tipe *Vickers* sehingga mempengaruhi hasil dari pengujian, karena material komposit SHS adalah material berporos sehingga kemungkinan saat indentasi dilakukan yang terbaca oleh *optical* saat indentasi adalah bagian poros dari sampel (Anugraha dan Widyastuti, 2014). Dan pada besaran tekanan kompaksi yang sama pada tekanan 200MPa dengan fraksi ukuran serbuk yang berbeda nilai kekerasan pada ukuran -140#+170# sebesar 27,33HV sedangkan ukuran serbuk -170# sebesar 25,49HV hal ini juga dikarenakan seperti yang dijelaskan sebelumnya (Anugraha dan Widyastuti, 2014). Atau hal ini juga bisa diakibatkan karena pada proses kompaksi gaya gesek antar partikel komposit dengan dinding cetakan akan mengakibatkan kerapatan pada daerah tepi dan bagian tengah tidak merata kerapatannya sehingga menurunkan nilai kekerasan. Selain itu menurunnya nilai kekerasan juga bisa disebabkan karena pada saat proses *mixing* distribusi partikel belum menghasilkan distribusi yang homogen sehingga kualitas ikatan komposit yang dihasilkan kurang baik, dan saat diberi tekanan kompaksi

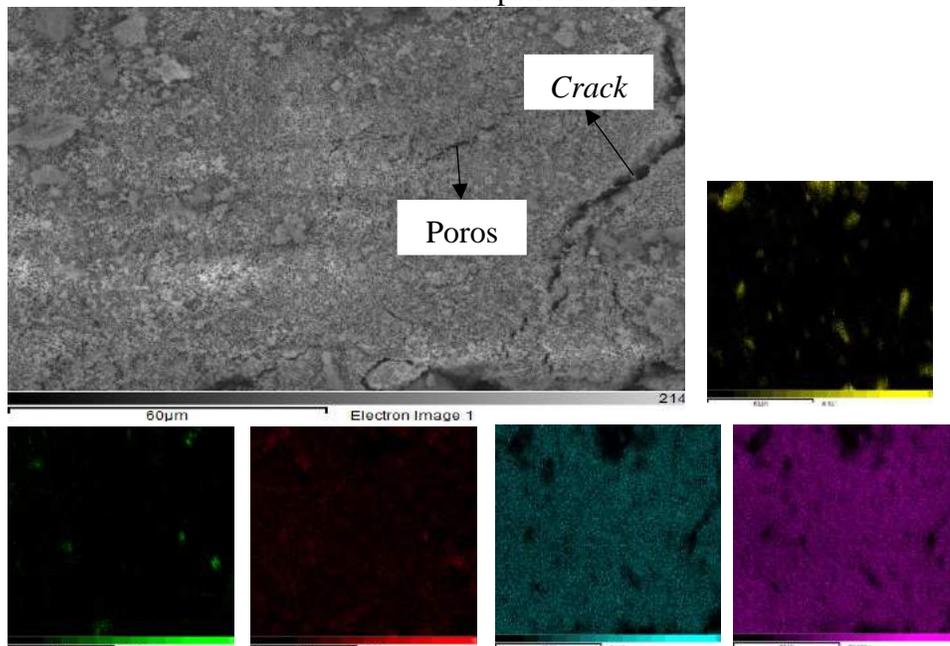
seharusnya gaya tekan yang diberikan terdistribusi secara merata akan tetapi karena distribusi homogen yang belum tercapai mengakibatkan gaya tekan tidak terdistribusi secara merata yang mengakibatkan nilai kekerasan menurun.

4.6 Struktur Mikro Komposit dari Limbah Tulang Sapi dan Kaleng Minuman menggunakan Metode SHS

Pada proses pembuatan keramik matrik komposit dengan metode SHS ini menggunakan material matrik berupa hidroksiapatit, *reinforce* berupa alumunium, dan *wetting agent* berupa magnesium, dalam hal ini magnesium berfungsi untuk membasahi (penguat) yang terjadi akibat interaksi antara molekul dari kedua material tersebut (Prabowo dkk,2016) . Dimana komposit itu bisa terjadi karena adanya ikatan antar permukaan matrik dan *reinforce* (Sari, 2018) dan dari hasil percobaan yang telah dilakukan baik dari parameter fraksi ukuran serbuk ataupun besaran tekanan kompaksi menghasilkan sampel SHS yang bersifat padat setelah proses SHS selesai yang membedakannya hanyalah nilai porositas, nilai kekerasan, besarnya fasa alumunium *oxide* dan spinel pada setiap sampel SHS. Hal ini mengindikasikan terbentuknya ikatan antar permukaan matrik dan *reinforce* yang diperkuat dengan terbentuknya fasa spinel pada sampel SHS dan untuk melihat struktur mikro dapat dilihat dari hasil *scanning electron microscope* pada gambar 4.8 dan 4.9. Indikasi terbentuknya ikatan antar permukaan yang terjadi antara material komposit yang didukung oleh data XRD berupa terbentuknya spinel $MgAl_2O_4$ dengan adanya spinel memiliki peran penting dalam pengikatan antara keramik dan logam (Zainuri dan Henriono, 2012).



Gambar 4.8 Hasil *Scanning Electron Microscope* Fraksi Ukuran Al -170# Tekanan Kompaksi 171MPa



Gambar 4.9 Hasil *Scanning Electron Microscope* Fraksi Ukuran Al +100# Tekanan Kompaksi 100MPa

Berdasarkan data hasil SEM pada gambar 4.9 memperlihatkan bagaimana porositas yang semakin besar dibandingkan dengan gambar 4.8 terjadi pada fraksi ukuran yang lebih kasar dan tekanan kompaksi yang lebih kecil hal ini diakibatkan karena interaksi antara gesekan partikel yang terjadi sangat kecil sehingga partikel belum terdistribusi secara merata dan nilai kerapatan menjadi kecil sehingga berpengaruh terhadap nilai porositas yang besar. Karena nilai porositas yang besar ini menyebabkan terjadinya *crack* atau cacat pada material sehingga mengakibatkan nilai kekerasan menjadi kecil.

Table 4.3 Hasil *Sum Spectrum* Fraksi ukuran -170# Tekanan Kompaksi 171MPa

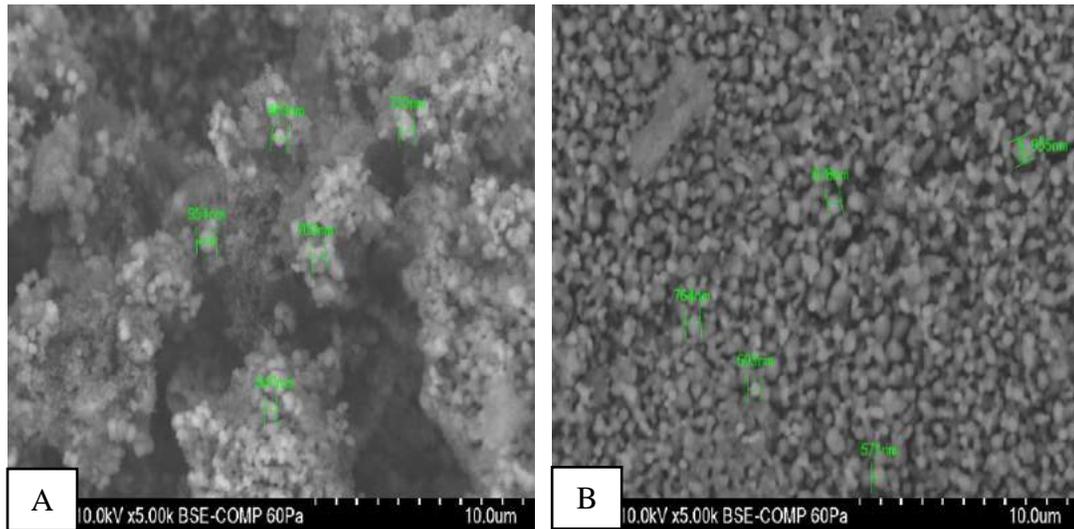
<i>Element</i>	<i>Weight%</i>
C	10,24
O	42,83
Na	0,5
Mg	2,41
Al	2,66
P	14,23
Ca	27,12
Total	100

Table 4.4 Hasil *Sum Spectrum* Fraksi ukuran +100# Tekanan Kompaksi 100MPa

<i>Element</i>	<i>Weight%</i>
C	8,4
O	46
Na	0,47
Mg	2,16
Al	4,77
P	13,24
Ca	24,96
Total	100

Dari data hasil *sum spectrum* pada tabel 4.3 merupakan data fraksi ukuran yang lebih halus dan tekanan kompaksi yang semakin besar yang dibandingkan dengan data pada tabel 4.4 yang merupakan fraksi ukuran yang lebih kasar dan tekanan kompaksi yang semakin kecil. Pada fraksi ukuran yang lebih halus dan tekanan kompaksi yang semakin besar memiliki persen berat Mg yang lebih besar. Karena persen berat Mg yg lebih besar inilah maka nilai kekerasan yang dimiliki fraksi ukuran yang lebih halus dan tekanan kompaksi yang semakin besar memiliki nilai kekerasan yang tinggi. Dan jika dilihat dari penyebaran unsur terhadap kedua parameter yang dibandingkan ini, kedua parameter memiliki kesamaan berupa penyebaran unsur yang paling dominan persen beratnya yaitu oksigen hal ini dikarenakan pada material keramik matrik

komposit untuk membentuk hidroksiapatit, aluminium *oxide*, magnesium *oxide*, dan spinel oksigen memiliki peran yang penting terhadap pembentukannya.



Gambar 4.10 (A) Diameter Butir Fraksi Ukuran -170# 171MPa (B) Diameter Butir Fraksi Ukuran +100# 100MPa

Berdasarkan gambar 4.10 memperlihatkan pada fraksi ukuran yang semakin halus dan tekanan kompaksi yang semakin besar memiliki diameter butir yang semakin kecil, dimana diameter butir terkecil disini yaitu sebesar 540nm. Karena memiliki diameter butir yang semakin kecil menandakan butir yang dihasilkan semakin halus dan mengindikasikan nilai kerapatan yang lebih tinggi karena semakin kecil ukuran butir kemungkinan terdistribusi merata lebih besar dan akan menghasilkan nilai kerapatan yang tinggi sehingga akan meningkatkan nilai kekerasan. Akan tetapi jika dihitung nilai rata – rata diameter butir dari *sampling* pengukuran yang dilakukan diameter butir terkecil terdapat pada fraksi ukuran yang lebih kasar dan tekanan kompaksi yang kecil sebesar 714 nm, hal ini dikarenakan karena pengukuran yang dilakukan ini *sampling*

saat melakukan pengukuran kemungkinan diameter butir yang lebih kecil bisa saja tidak teridentifikasi. Hal ini juga ditandai dengan adanya *crack* pada fraksi ukuran yang lebih kasar dan tekanan kompaksi yang kecil sehingga walaupun ukuran rata – rata diameter butirnya lebih halus tapi karena adanya *crack* pada material maka mengakibatkan nilai kekerasannya menjadi kecil.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian Pengaruh Ukuran Serbuk Terhadap Karakterisasi Limbah Tulang Sapi dan Limbah Kaleng Alumunium Menggunakan Metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS) dengan Variasi Penekanan diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Semakin kecil ukuran serbuk dan semakin besarnya tekanan kompaksi akan mempengaruhi nilai porositas yang mengakibatkan nilai porositasnya semakin kecil. Dimana dalam percobaan ini nilai porositas terkecil sebesar 19,82% pada percobaan ukuran serbuk -170# dan tekanan kompaksi 200MPa sedangkan nilai porositas terbesar sebesar 34,36% pada percobaan ukuran serbuk +100# dan tekaan kompaksi 100MPa.
2. Semakin kecil ukuran serbuk dan semakin besarnya tekanan kompaksi akan mempengaruhi nilai kekerasan dimana nilai kekerasannya akan semakin besar. Dimana pada percobaan ini nilai kekerasan terkecil sebesar 8,36HV pada percobaan ukuran serbuk +100# dan tekanan kompaksi 100MPa sedangkan nilai kekerasan terbesar sebesar 44,92HV pada percobaan ukuran serbuk -170# dan tekaan kompaksi 100MPa.

3. Dari hasil proses SHS menghasilkan sampel keramik matrik komposit yang dapat diaplikasikan sebagai *human teeth dentin* dengan parameter nilai kekerasan.

5.2 Saran

Preparasi kaleng sebaiknya kaleng diampelas sampai bersih terlebih dahulu kemudian dilakukan *decoating*. Proses SHS sebaiknya menggunakan *furnace* yang bersifat vakum atau jika tidak menggunakan *furnace* vakum sebaiknya dialirkan gas *inert* untuk menghindari terbentuknya oksida, agar produk yang dihasilkan berikatan dengan kuat.

DAFTAR PUSTAKA

Agus Pramono, Klodian Dhoska, Reza Moezzi. Ti/SiC Based Metal Matrix Composites by Using Self-Propagating High Temperatures Synthesis (SHS). *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*-Journal of Composite and Advanced Materials. Vol. 31, No. 3: 125-129: June, 2021,

Agus Pramono, Akmal Faiz Fiftyandi, Fatah Sulaiman, Suryana, Anistasia Milandia Processing of Milkfish Bone on Al/Ti/Mg Into Hybrid Composites by Self-Propagating High Temperature Synthesis (SHS). *Advances in Biological Sciences Research*, volume 9. 279 – 283. 2021

<https://www.atlantis-press.com/proceedings/icfsi-19/125953479>.

Agus Pramono, Fatah Sulaiman, Alfirano, A. Ali Alhamidi, Anistasia Milandia. Fabrication of the Ti/SiC Based Composites by Self-Propagating High Temperature Synthesis (SHS). *International Journal of Innovative Technology and Interdisciplinary Sciences* www.IJITIS.org - ISSN:2613-7305. Volume 3, Issue 4, pp. 513-520, 2020.

<https://doi.org/10.15157/IJITIS.2020.3.4.513-520>.

Agus Pramono, Fatah Sulaiman, Alfirano, Suryana, Anistasia Milandia Characteristics of Hybrid Composites Made from Hidroxyapatite (HAp)/Metal Powder and Ceramic. *VANOS-JOURNAL*. Volume 5, Number 2, November 2020, Pages 109-116/ <http://jurnal.untirta.ac.id/index.php/vanos>.

Agus Pramono, Fatah Sulaiman, Suryana, Anistasia Milandia. Chanos-chanos forsk (CCF) contain of 4% calcium, 3% phosphorus, Effect of pressure distribution on hydroxyapatite (HAp) based hybrid composites made from the milkfish bones. *Materials Science Forum (MSF)*. Vol. 988, pp 182-191. 2019
ISSN: 1662-9752,

Agus Pramono, Fatah Sulaiman, Suryana & Anistasia Milandia. Calcination process on chanos chanos forsk (CCF) of milkfish bones to get Hydroxyapatite (HAp) as Composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering - Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 532 012004. 2018.

Akrom M, Marwoto P, dan Sugianto, Pembuatan MMC Berbasis Teknologi Metalurgi Serbuk Dengan Bahan Baku Alumunium Dari Limbah Kaleng Minuman dan Aditif Abu Sekam Padi, *Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia*, Vol. 6: 14 – 19, 2010.

Alsaffar Kiffaya dan Bdeir Layla, *Recycling of Aluminum Beverage Cans*, *Journal of Engineering and Development*, Vol. 12: 157 - 163, 2008.

Aminatun dkk, *Kajian Proses Sintering Pada Metode Metalurgi Serbuk Paduan Kobalt Sebagai Kandidat Material Implan Tulang*, Universitas Airlangga Surabaya, 2014.

Anugraha Vicko G dan Widyastuti, *Pengaruh Komposisi Sn dan Variasi Tekanan Kompksi terhadap Densitas dan Kekerasan Komposit Cu-Sn untuk Aplikasi Proyektil Peluru Frangible dengan Metode Metalurgi Serbuk*, *Jurnal Teknik Publikasi Online ITS*, Vol. 3: 102 - 107, 2014.

Anwar dan Solechan, *Analisa Karakteristik dan Sifat Mekanik Scaffold Rekonstruksi Mandibula dari Material Bhipasis Calsium Phospate dengan Penguat Cangkang Kerang Srimping dan Gelatin Menggunakan Metode Functionally Graded Material*, *Prosiding Seminar Nasional Teknologi dan Informatika Vol. 1*: 137 - 144, 2014.

Arifianto, *Pengaruh Atmosfer Dan Suhu Sintering Terhadap Komposisi Pelet Hidroksiapatit Yang Dibuat Dari Sintesa Kimia Dengan Media Air Dan SBF*, Institut Pertanian Bogor, 2006.

Barakat Nasser A.M. dkk, *Physiochemical characterizations of hydroxyapatite extracted from bovine bones by three different methods: Extraction of biologically desirable HAp*, *Materials Science and Engineering C* 28: 1381 – 1387, 2008.

Cirano Fabiano R, Romito Giuseppe A, dan Todescan Jose H, *Determination Of Root Dentin And Cementum Micro Hardness*, *Braz J Oral*, Vol. 3: 420 – 424, 2004.

Dahi Eli, *Optimisation Of Bone Char Production Using The Standard Defluoridation Capacity Procedure*, *Research Report Fluoride*, 1: 29 – 36, 2015.

Dewi Setia Utami, *Pembuatn Komposit Kalsium Fosfat – Kitosan Dengan Metode Sonikasi*, Institut Pertanian Bogor, 2009.

Fadhilah Nurul, Irhamni, Jalil Zulkarnain, *Synthesis of Natural Hydroxyapatite from Aceh's Bovine Bone*, *Journal of Aceh Physics Society*, Vol. 5: 19 – 21, 2016.

Halverson Danny C dkk, *Processing of Boron Carbide-Aluminum Composites*, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 5: 775 – 780, 1989.

Henriono Halley dan Zainuri M, Karakterisasi Bentuk Partikel SiC yang Dilapisi dengan MgAl₂O₄ Berdasarkan Variabel Konsentrasi Ion Logam, *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 1: 35 – 40, 2012.

Kaur Gurbinder, *Bioactive Glasses, Potential Biomaterials for Future Therapy*, Springer India, 2017.

Manalu Jojor L, Soegijono Bambang, dan Indrani Decky J, *Characterization of Hydroxyapatite Derived from Bovine Bone*, *Asian Journal of Applied Sciences*, Vol. 3: 758 - 765, 2015.

Nasution Abdillah Imron, *Jaringan Keras Gigi*, Syiah Kuala University Press Banda Aceh, 2016.

Niakan A dkk, *Sintering Behaviour Of Natural Porous Hydroxyapatite Derived From Bovine Bone*, *Ceramics International*, Vol. 41: 3024 – 3029, 2014.

Oh Sung Tag, Sekino Tohru, dan Niihara Koichi, *Effect Of Particle Size Distribution And Mixing Homogeneity On Microstructure And Strength of Alumina/Copper Composites*, *NanoStructured Materials*, Vol. 10: 327 - 332, 1998.

Pane Mai Sarah, *Penggunaan Hidroksiapatit Sebagai Bahan Dental Implan*, Universitas Sumatera Utara, 2004.

Petit R, *The use of hydroxyapatite in orthopaedic surgery : A ten-year review*, *Eur J Orthop Surg Traumatol*, Vol. 9: 71 – 74, 1999.

Prabowo Agiel Setyo, Triyono Teguh, dan Yaningsih Indri, *Analisa Pengaruh Penambahan Mg Pada Kompositmatrik Aluminium Remelting Piston Berpenguat SiO₂ Menggunakan Metode Stir Casting Terhadap Kekerasan Dan Densitas, Mekanika*, Vol. 15: 37 – 43, 2016.

Pramono Agus dkk, *The Alumunium Based Composite Produced by Self Propagating High Temperatur Synthesis*, *Materials Science (Medžiagotyra)*, Vol. 22: 41 – 43, 2016.

Saraswathy G dkk, *A nobel bio-inorganic bone implant containing deglued bone, chitosan and gelatin*, *Bull Mater*, Vol. 24: 415 – 420, 2001.

Sari Nasmi Herlina, *Material Teknik*, CV Budi Utama Yogyakarta, 2018.

Suchanek Wojciech dan Yoshimura Masahiro, *Processing and properties of hydroxyapatite-based biomaterials for use as hard tissue replacement implants*, Tokyo Institute of Technology, Vol. 13: 94 -117, 1997.

Surdia Tata dan Saito Shinroku, *Pengetahuan Bahan Teknik*, PT. Pradnya Paramita Jakarta, 1999.

Suryadi, *Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Proses Pengendapan Kimia Basah*, Universitas Indonesia, 2011.

Sutarno M, Analisis Kehadiran Fasa Spinel $MgAl_2O_4$ Pada Sistem Komposit Keramik Al_2O_3 - MgO , *Exacta*, Vol. 5: 90 – 94, 2007.

Venkatesan Jayachandran dan Kim Se Kwon, *Effect of Temperature on Isolation and Characterization of Hydroxyapatite from Tuna (Thunnus obesus) Bone*, *Materials*, Vol. 3: 4761 - 4772, 2010.

Warastuti Yessy dan Abbas Basril, *Synthesis and Characterization of Irradiated Injectable Bone Substitute Paste Based on Hydroxyapatite*, BATAN, 2011.

X Galina dan V George, *An overview of some environmental applications of self-propagating high-temperature synthesis*, *Advance in Environmental Research*, Vol. 5: 117 - 128, 2000.

Yudyanto, Sugara Y.D., Hartatiek, Pengaruh Nanosilika terhadap Kekerasan dan Porositas Nanokomposit HA- SiO_2 Berbasis Batuan Onyx Bojonegoro, *Journal of Physical Science and Engineering*, Vol. 1: 13 – 18, 2016.

www.substech.com, 15 Maret 2018

www.indonesiastudent.com, 26 Maret 2018

www.ardra.biz, 30 Maret 2018

www.shutterstock.com, 10 Agustus 2018

Pengolahan limbah tulang sapi dan kaleng minuman menggunakan Self propagating High Temperature Synthesis (SHS) sebagai aplikasi Komposit Material

Detail Pencipta Lampiran History

Permohonan

Nomor Aplikasi	EC00202145304	Tanggal Pengajuan	08-09-2021 01:22:49
Judul Ciptaan	Pengolahan limbah tulang sapi dan kaleng minuman menggunakan Self propagating High Temperature Synthesis (SHS) sebagai aplikasi Komposit Material	Jenis Ciptaan	Laporan Penelitian
Deskripsi	Pengolahan bahan limbah tulang hewan ternak memiliki nilai ekonomi rendah. Pada dasarnya tulang manusia dengan tulang hewan ternak (jenis sapi) memiliki kesamaan, yaitu dalam senyawa pembentuknya. Sekitar 65% fraksi mineral di dalam tulang adalah hidroksiapatit (HAp). Limbah kaleng merupakan salah satu limbah logam yang mengandung aluminium sekitar 98% dan berpotensi untuk didaur ulang. Lebih dari 75% kaleng diproduksi menggunakan bahan dasar logam aluminium. Limbah kaleng aluminium berpotensi untuk dipadukan dengan bahan HAp. Unsur-unsur yang kompatibel untuk dijadikan bahan paduan bersama aluminium (Al) dan HAp adalah: titanium (Ti), magnesium (Mg) dan tembaga (Cu), menggunakan metode terbaru yaitu teknologi self-propagating high-temperature synthesis (SHS). Proses SHS didasarkan pada sistem yang melibatkan pembakaran eksotermik. Pada reaksi pembakaran eksotermis dengan variabel ideal maka akan didapatkan fase metastabil serta kandungan kemosfir unsur yang tinggi. Mengacu pada kelebihan metode SHS yang disempurnakan dengan penambahan variabel penekanan maka penyempurnaan metode dari aspek reaksi eksotermis dan aspek penambahan tekanan pada proses SHS akan mampu menghasilkan produk komposit biomaterial, yang terdiri dari beberapa gabungan bahan matriks seperti aluminium dari bahan limbah kaleng, HAp dari bahan tulang sapi dan berpenguat: silikon karbida (SiC)/alumina (Al ₂ O ₃), serta menggunakan double coupling agent sebagai pembersih yang memiliki peran sebagai katalis untuk membentuk ikatan antara matriks dengan penguat. Produk yang dihasilkan akan mampu diaplikasikan pada beberapa komponen biomaterial. Tujuan utama dari penelitian ini adalah: menghasilkan material komposit biomaterial yang berasal dari limbah tulang sapi dan kaleng bekas minuman yang memenuhi standar ASTM F138 sehingga akan menghasilkan properties komponen biomaterial berkekuatan tinggi dengan berat jenis yang rendah. Pembuatan hybrid komposit biomaterial menggunakan bahan HAp dari tulang sapi. Beberapa karakterisasi dilakukan sebagai sifat mekanik dan fisik.		
Pengguna	Agus Pramono	Negara	Indonesia
Jenis permohonan	UMK, Lembaga Pendidikan, Lembaga Litbang Pemerintah	Blaya	Rp. 200.000
Tanggal Diumumkan	2021-09-08	Status Penerimaan	Menunggu Approval
Kota	Cilegon		
Status Pembayaran	Lunas Pengajuan Pencatatan Ciptaan		
Billing Code	820210908227995		