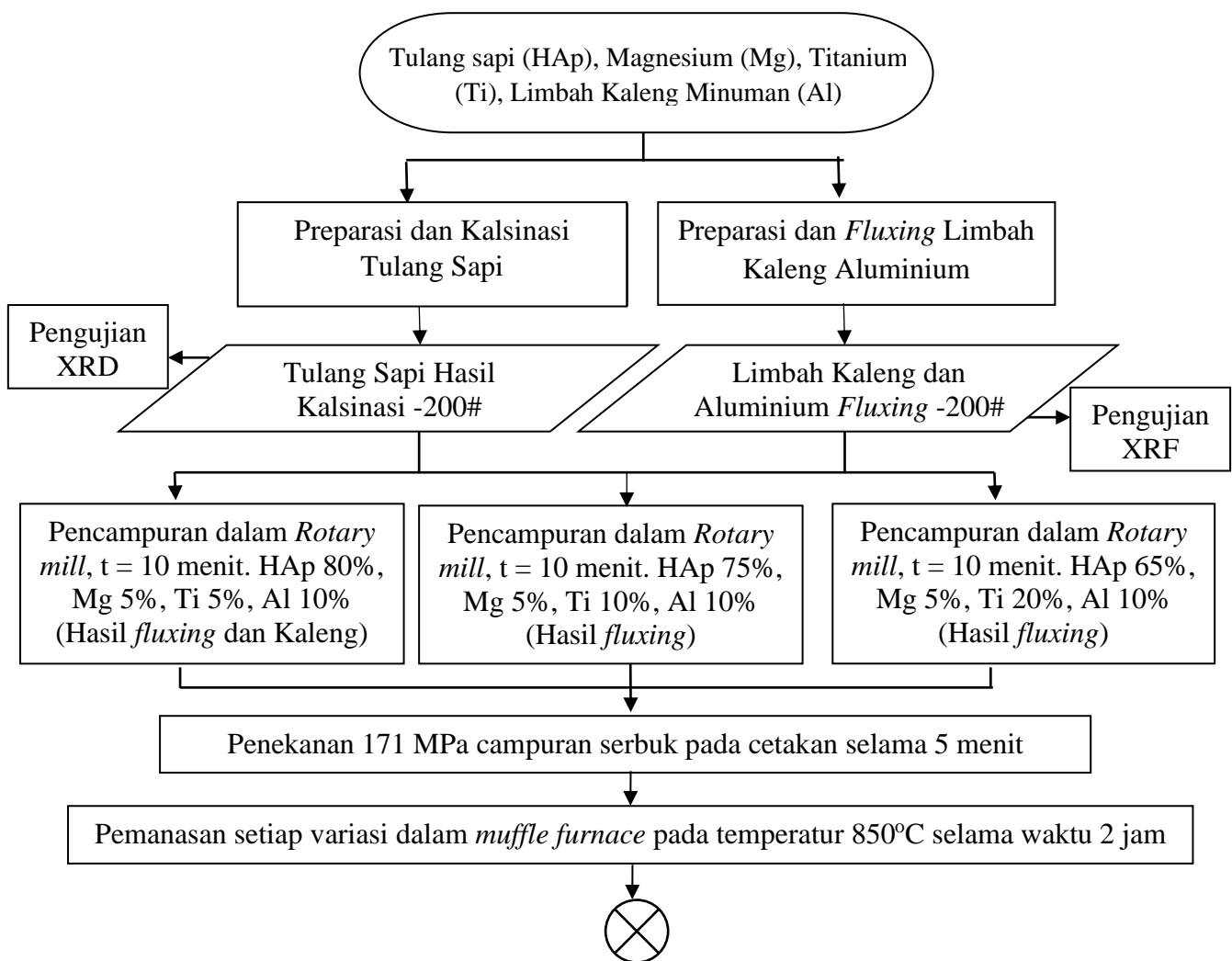
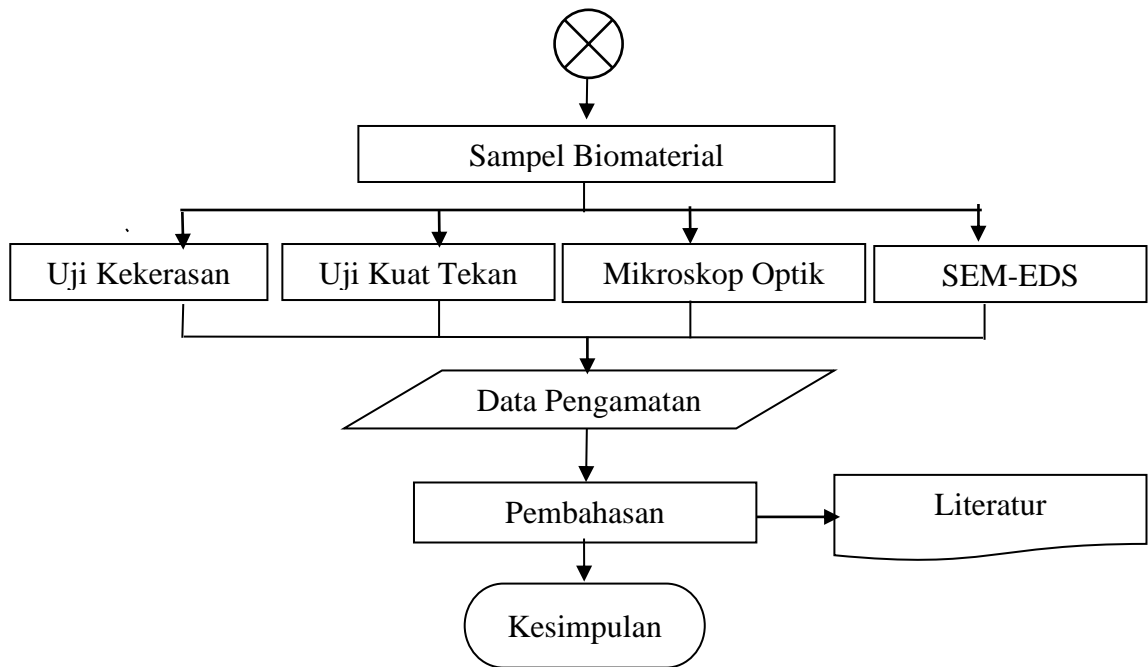


Bab III Metode Penelitian

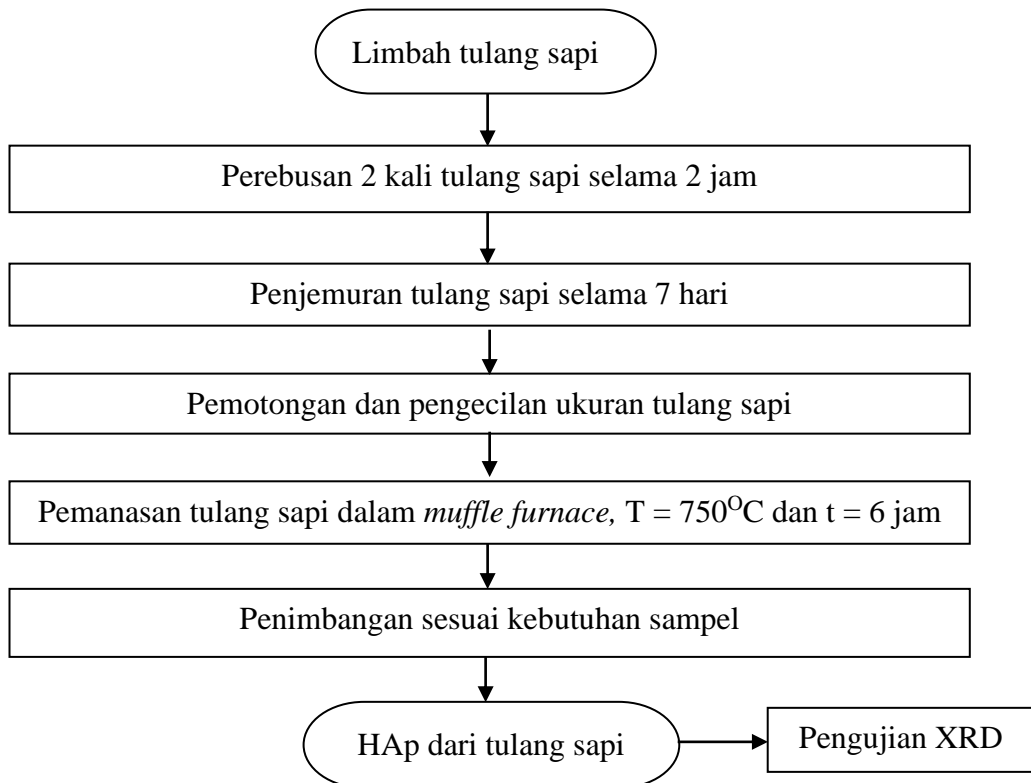
3.1 Diagram Alir

Berikut gambaran diagram alir proses penelitian diantaranya pembuatan sampel, preparasi tulang menggunakan proses kalsinasi dan preparasi limbah kaleng menggunakan metode *fluxing* yang dapat dilihat pada Gambar 3.1, 3.2 dan 3.3. Untuk diagram alir RSM dapat dilihat pada Gambar 3.4.

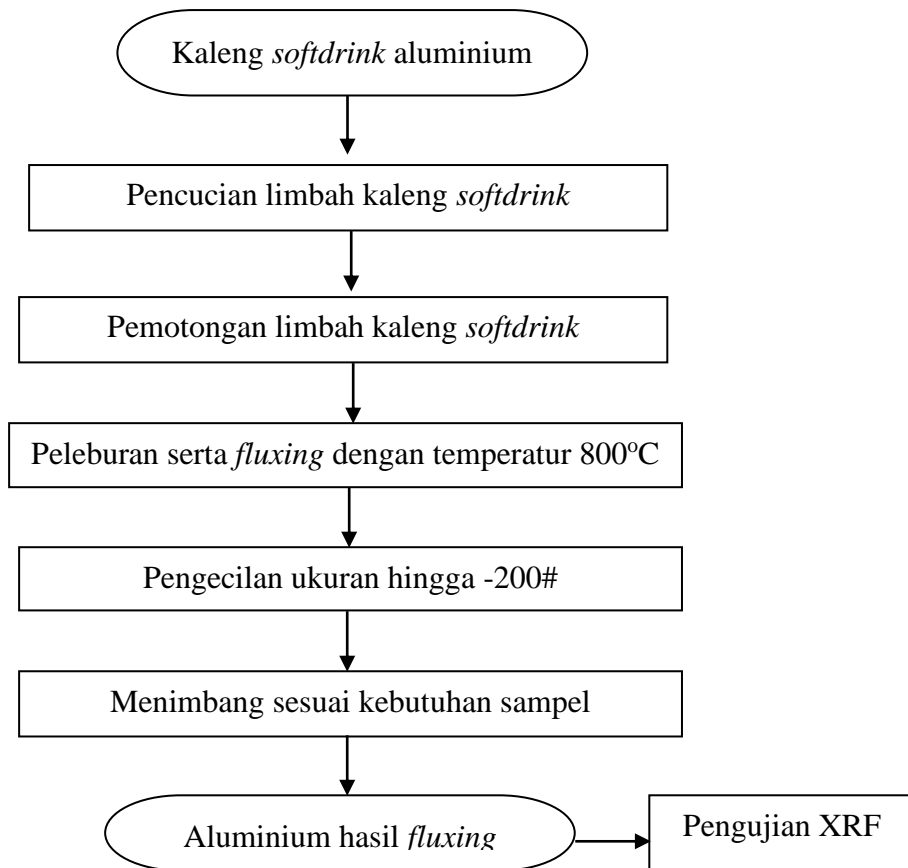




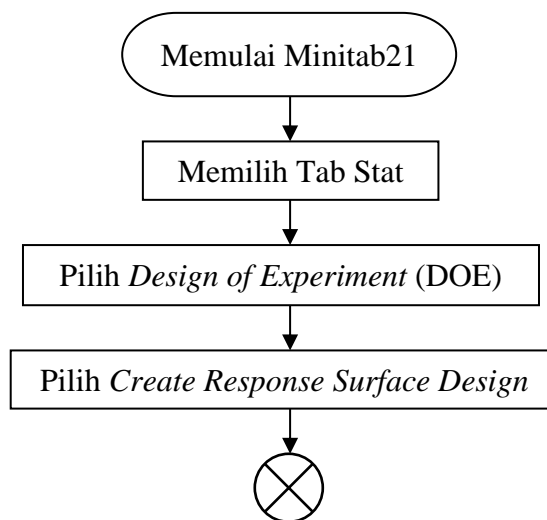
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

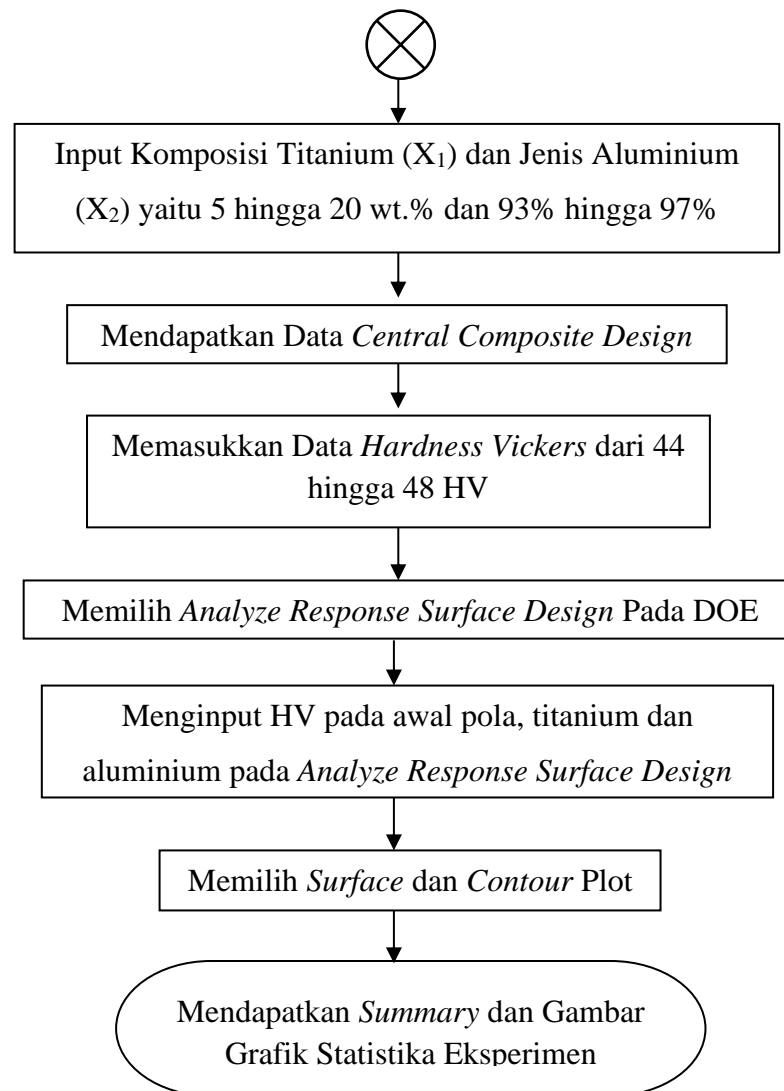


Gambar 3.2 Diagram Alir Subproses Preparasi dan Kalsinasi Tulang Sapi



Gambar 3.3 Diagram Alir Subproses Preparasi dan *Fluxing* Limbah Kaleng Aluminium





Gambar 3.4 Diagram Alir RSM

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

1. Cawan Porselen
2. Alumina
3. *Sieving*

4. *Muffle furnace*
5. *Induction furnace*
6. Sarung tangan
7. Penjepit
8. Cetakan SIS
9. Cetakan kompaksi
10. Cetakan pengecoran
11. Mesin *hydraulic press* CH-4346
12. Neraca digital
13. *Disc mill*
14. *Rotary mill*
15. *X-ray diffraction* MiniFlex 600 Rigaku
16. *X-ray fluorescence* Nex-QC Rigaku
17. MHVS-1000AT Nobel
18. Universal Testing Machine (UTM) INSTRON 5982
19. Mikroskop Nikon Eclipse LV-150

3.2.2 Bahan

Berikut merupakan bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu:

1. Kaleng aluminium
2. Serbuk magnesium
3. Serbuk titanium
4. Tulang sapi

5. NaCl dan KCl

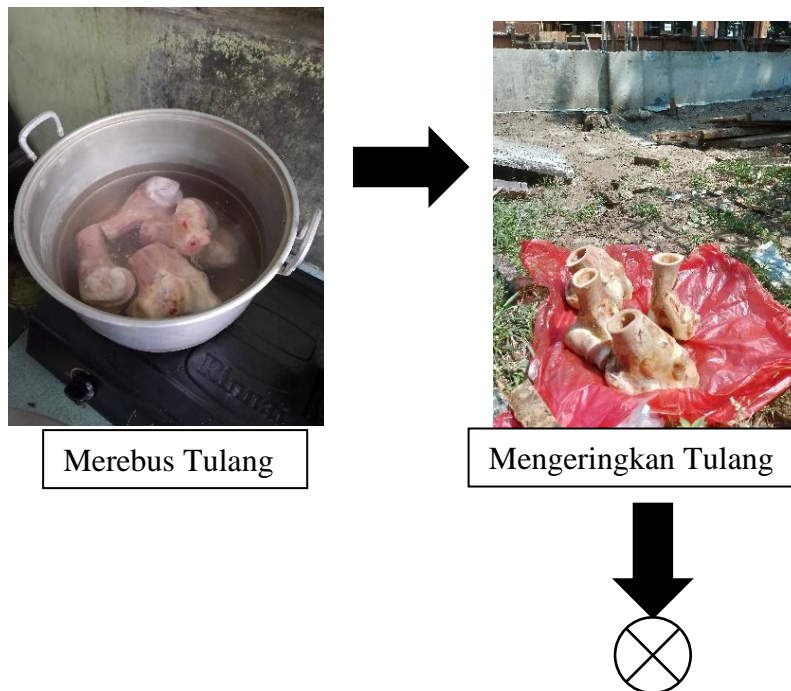
3.3 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur yang dilakukan pada penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan yaitu:

3.3.1 Preparasi dan Kalsinasi Limbah Tulang Sapi

1. Merebus limbah tulang sapi selama 2 jam sebanyak 2 kali lalu menjemur selama 7 hari untuk menghilangkan darah, sisa daging dan lemak yang masih menempel di tulang.
2. Memotong tulang yang sudah kering.
3. Memasukkan tulang sapi ke cawan porselen kemudian masukkan ke dalam *muffle furnace* dengan temperatur 750°C selama 6 jam.
4. Menimbang sesuai kebutuhan sampel.

Berikut merupakan gambaran preparasi tulang dan kalsinasi pada penelitian ini yang dapat dilihat pada Gambar 3.5 :





Gambar 3.5 Skematik Kalsinasi Limbah Tulang Sapi

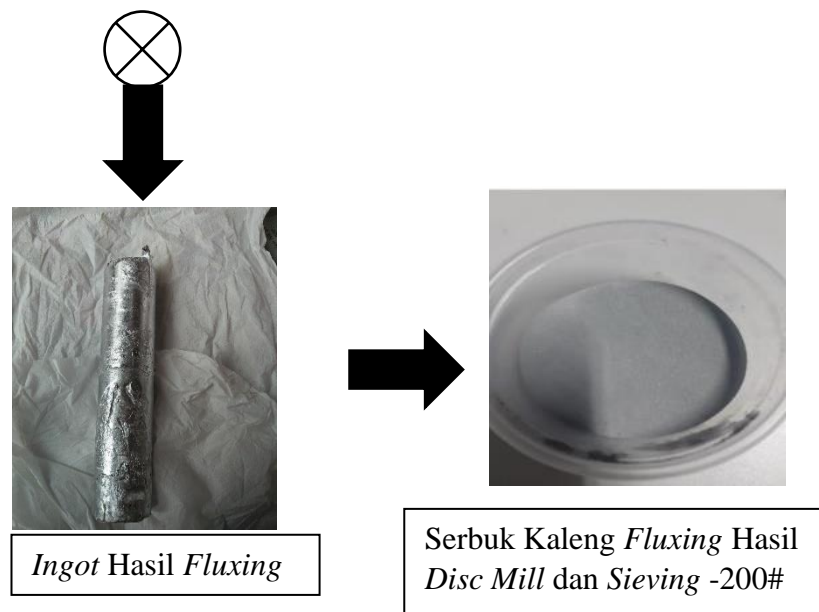
3.3.2 Preparasi dan *Fluxing* Limbah Kaleng Alumunium

1. Mencuci limbah kaleng dengan sabun dan mengeringkan.
2. Memotong kaleng *softdrink* hingga berukuran 1x1 cm.

3. Melakukan peleburan dengan temperatur 800°C dalam *cruicible* dengan penambahan *flux* NaCl dan KCl dengan perbandingan 1:1.
4. Memisahkan *dross* dan menuangkan lelehan aluminium ke dalam cetakan.
5. Mengecilkan ukuran hingga ukuran partikel -200#.
6. Menimbang sesuai kebutuhan sampel.

Berikut merupakan gambaran preparasi limbah kaleng dan *fluxing* aluminium yang dapat dilihat pada Gambar 3.6



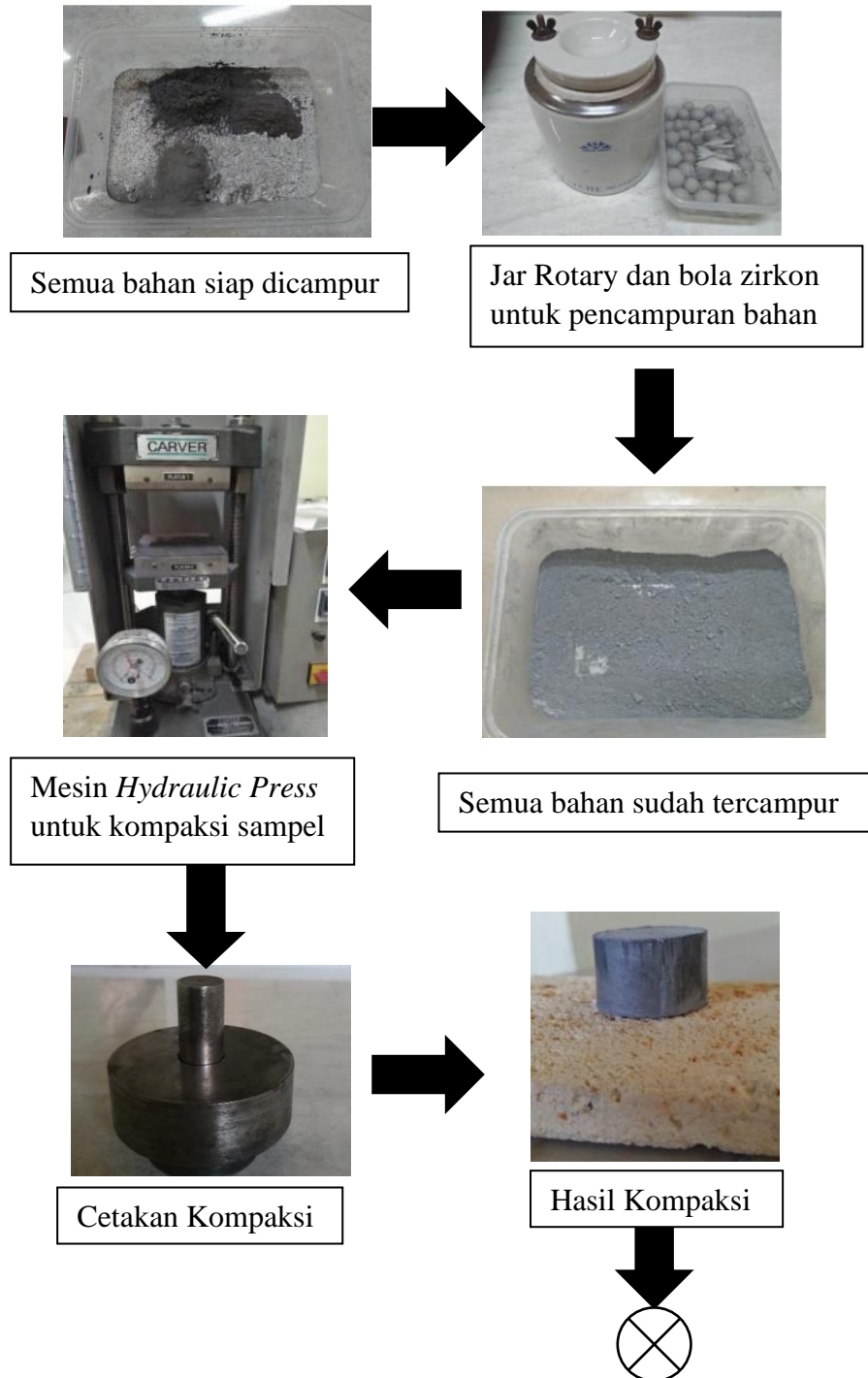


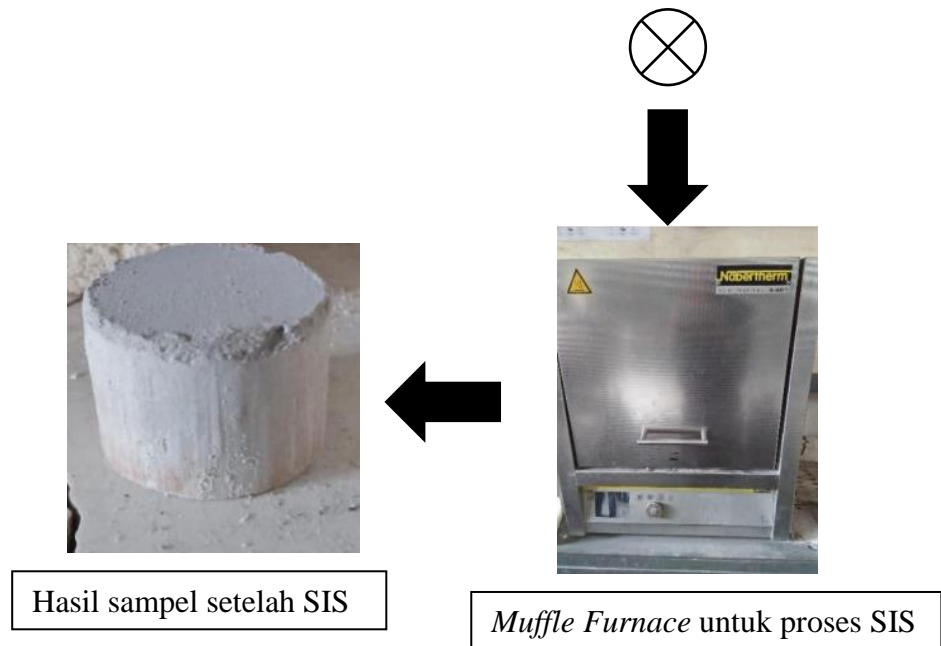
Gambar 3.6 Skematik Fluxing Limbah Kaleng Aluminium

3.3.3 Pembuatan Sampel SIS

1. Melakukan pencampuran dengan komposisi 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 5 wt.% Ti : 10 wt.% Al (kaleng), 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 5 wt.% Ti : 10 wt.% Al (*fluxing*), 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 10 wt.% Ti : 10 wt.% Al (*fluxing*), dan 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 20 wt.% Ti : 10 wt.% Al (*fluxing*)
2. Memasukkan campuran komposit ke dalam cetakan kompaksi kemudian ditekan ditekan dengan tekanan 171 MPa selama 5 menit.
3. Memasukkan campuran komposit hasil kompaksi ke dalam cetakan SIS kemudian memasukkan ke dalam *muffle furnace* pada temperatur 850°C selama 2 jam.
4. Melakukan metode SIS pada masing-masing sampel.

Berikut gambaran pembuatan sampel komposit pada penelitian ini yang dapat dilihat pada Gambar 3.7.





Gambar 3.7 Skematik Pembuatan Sampel Komposit

3.3.4 Prosedur Pengujian Sampel

3.3.4.1 Karakterisasi *X-Ray Diffraction*

Pengujian karakterisasi ini digunakan *X-ray diffraction* mengacu pada standar ASTM F2024. Anoda *x-ray* berupa *copper* (tembaga) dengan 2θ dari 0 sampai 80° . Karakterisasi *x-ray* ini digunakan yang bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari hasil proses sampel hidroksiapatit. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis menggunakan *software High Score Plus* dan *Origin*. Alat yang digunakan pada karakterisasi ini adalah *X-Ray Diffraction MiniFlex 600 Rigaku* seperti pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 *X-Ray Diffraction* Miniflex 600 Rigaku

3.3.4.2 Pengujian *X-Ray Fluorescence*

Fluoresensi sinar-X merupakan salah satu alat yang digunakan untuk analisis unsur yang terkandung dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisa kualitatif menghasilkan informasi unsur yang terkandung pada bahan yang ditunjukkan adanya spektrum unsur pada sinar-X sedangkan Analisa kuantitatif menghasilkan informasi jumlah unsur yang terkandung pada bahan yang ditunjukkan ketinggian pucuk spektrum. Serbuk limbah kaleng minuman dan serbuk hasil *fluxing* disiapkan dengan menggunakan instrument *X-Ray Fluorescence* yang mengacu pada standar ASTM E1621-13. Sampel diletakkan pada preparat pengujian. Pengujian XRF dilakukan dengan cara menembakkan radiasi foton elektromagnetik pada sampel yang diuji. Radiasi elektromagnetik yang dipancarkan akan berinteraksi dengan elektron pada kulit bagian dalam suatu unsur untuk menghasilkan sinar-X. Pengujian ini menggunakan alat *X-Ray Fluorescence* Nex-QC Rigaku seperti pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9 *X-Ray Fluorescence Nex-QC Rigaku*

3.3.4.3 Pengujian Kekerasan (Uji *Vickers Hardness*)

Pada Penelitian ini dilakukan pengujian kekerasan dengan standar ASTM E92 menggunakan alat *micro hardness vickers* tipe MHVS-1000AT Nobel dengan load mulai dari 0,0-1 kgf. Sebelum melakukan pengujian, terlebih dahulu melakukan preparasi sampel, dilakukan dengan mengamplas sampel terlebih dahulu hingga permukaan menjadi halus. Setelah selesai mengamplas lalu masuk ke tahap pengujian, diawali dengan menandai sampel dengan titik tinta, setelah itu mikroskop diarahkan ke sampel. Kemudian sampel dilakukan indentasi yang dapat dilihat pada Gambar 3.10.

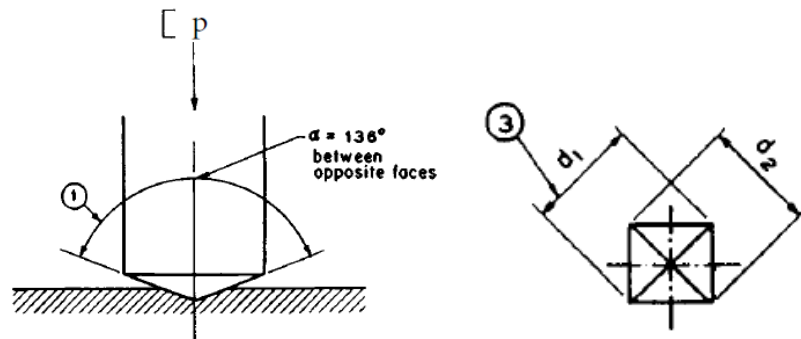


Gambar 3.10 *Alat Uji Micro Hardness Vickers*

Berdasarkan standar ASTM E92, nilai kekerasan dapat diperoleh berdasarkan persamaan berikut:

$$HV = \frac{2P \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = \frac{1,854 P}{d^2} \dots\dots\dots(3.1)$$

Dimana dapat diketahui bahwa uji kekerasan *Hardness Vickers* (HV) dilakukan melalui penekanan indenter piramida seperti pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11 Skematik Uji Kekerasan HV ASTM E92

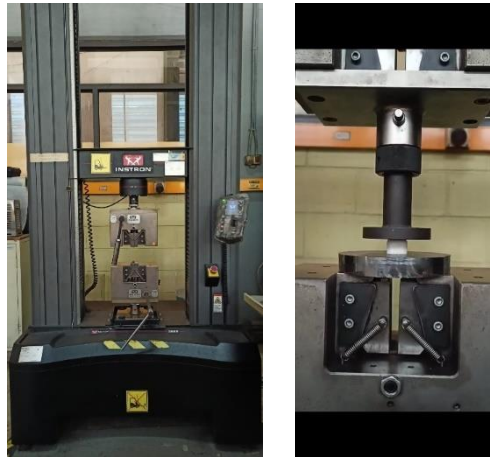
Sehingga tanda pada sampel yang berbentuk diagonal dapat diamati dengan mikroskop, kemudian dapat dicari rata-rata dengan persamaan sebagai berikut:

$$d = \frac{d1 + d2}{2} \dots\dots\dots (3.2)$$

3.3.4.4 Pengujian Kuat Tekan

Pada penelitian ini dilakukan pengujian kuat tekan dengan standar ASTM D1621 menggunakan alat *Universal Testing Machine* (UTM) INSTRON 5982 dengan kapasitas 100 kN. Prosedur pengujiannya dengan cara mengampelas sampel terlebih dahulu, setelah itu dilakukan pengukuran

diameter dan tinggi sampel. Kemudian sampel diletakkan pada *lower plate* mesin uji, tekanan diberikan searah vertikal hingga sampel hancur yang dapat dilihat pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12 Uji Kuat Tekan dengan *Universal Testing Machine*

Setelah dilakukannya pengujian menggunakan alat UTM 100 kN, dapat dihitung nilai uji tekan berdasarkan persamaan berikut.

$$\text{Kuat Tekan} = \frac{F}{A} \dots\dots(3.1)$$

Dengan persamaan di atas, maka akan dapat menghitung nilai kuat tekan dengan cara membagi besarnya beban maksimum sampel yang dapat diterima (F) yang memiliki satuan N dengan luas penampang sampel (A) yang memiliki satuan mm². Setelah itu, didapatkan nilai kuat tekan yang memiliki satuan N/mm², di mana 1 N/mm² sama dengan 1 MPa.

3.3.4.5 Pengamatan Struktur Mikro

Pengamatan metalografi secara mikro pada sampel dilakukan dengan pengamatan menggunakan alat Mikroskop Nikon Eclipse LV-150

dengan maksimum pembesaran 1000x. Sebelum diamati, sampel dipreparasi terlebih dahulu sehingga hasil visual permukaan sampel dapat diamati dengan baik. Preparasi dilakukan dengan cara mengamplas permukaan sampel hingga halus. Pengamatan struktur mikro ini bertujuan untuk mengetahui bentuk struktur mikro dari permukaan sampel yang terbentuk. Alat yang digunakan pada pengamatan struktur mikro yang dapat dilihat pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13 Mikroskop Nikon Eclipse LV-150

3.3.4.6 *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*

Sampel dilakukan pengamatan menggunakan Hitachi SU3500 yang mempunyai percepatan energi 15kV dan dilengkapi detektor EDS yang mampu mengidentifikasi komposisi unsur paduan. Gambar yang diambil pada SEM adalah bagian surface ini untuk mengamati morfologi permukaan dan rongga pada sampel. Alat yang digunakan pada SEM-EDS dapat dilihat pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14 Hitachi SU3500