

**PENGARUH TEMPERATUR SINTER DAN WAKTU PEMANASAN  
BAHAN BATU KAPUR ALAM PROVINSI LAMPUNG TERHADAP  
SIFAT FISIK DAN KEKERASAN KUALITAS PRODUK  
HIDROKSIAPATIT (HA)**

**(TESIS)**

**OLEH  
AGUS HENDRIYANTO**



**FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

## Abstrak

### **PENGARUH TEMPERATUR SINTER DAN WAKTU PEMANASAN BAHAN BATU KAPUR ALAM PROVINSI LAMPUNG TERHADAP SIFAT FISIK DAN KEKERASAN PRODUK HIDROKSIAPATIT (HA)**

Oleh

**Agus Hendriyanto**

Hidroksiapatit (HA) merupakan salah satu bahan untuk aplikasi pengisi jaringan tulang dan yang keropos. Hidroksiapatit (HA) termasuk bahan berbasis dengan jaringan tulang pada tubuh manusia atau bersifat biokompatibel, (HA) dapat bdi produksi dengan berbasis bahan alam batu kapur kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang cukup. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan bahan pembuatan (HA) berbasis batu kapur Provinsi Lampung sebagai salah satu material dalam pengisi tulang manusia dengan variasi lama waktu *Ballmil* 2 jam, 3 jam, 4 jam pada putaran 300 rpm, variasi suhu sintering 600°C, 800°C, 1000°C selama 2 jam, 3 jam, 4 jam dengan analisa karakterisasi FTIR, XRD, SEM-EDX dan uji kekerasan mikro hardnes vikers.

Komposisi pada batu kapur yang ada di gunung beranti Provinsi Lampung mengandung 97,43 % unsur kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang dapat diaplikasikan pada jaringan tulang. Hasil pengujian spektra FTIR metode hidrotermal serbuk batu kapur yang sudah melalui proses kalsinasi memiliki gugus puncak pada

$\text{PO}_4^{3-}$  (fosfat) terdeteksi pada vibrasi gelombang  $1025,45 \text{ cm}^{-1}$  untuk Ca-O (kalsium oksida) memiliki jarak  $1413,59 \text{ cm}^{-1}$  dan gugus O-H berada pada jarak  $3030,33 \text{ cm}^{-1}$ , menyerupai produk komersil. Pola XRD yang menyerupai produk komersil pada pola difraksi sinar -X puncak tertinggi 100% memiliki sudut  $2\theta$  :  $32,26$ . Karakterisasi SEM-EDX pada hasil analisa SEM pada temperatur  $1000^\circ\text{C}$  dengan waktu 4jam menunjukkan mikrostruktur yang homogen. Hasil EDX yang memiliki unsur kalsium dan fosfat tertinggi pada proses milling 300 rpm selama 2 jam. Uji kekerasan vikers memiliki nilai kekerasan tertinggi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  dengan waktu 4jam.

Batu kapur di Propinsi Lampung menyerupai produk komersil sehingga dapat digunakan pada proses pengisian jaringan tulang keropos.

Kata Kunci: Batu kapur, Hidroksiapatit, FTIR, XRD, SEM, EDX

## **ABSTRACT**

### **THE EFFECT OF THE TEMPERATURE OF THE SINTER AND THE HEATING TIME OF NATURAL STONE LAMPUNG PROVINCE ON PHYSICAL PROPERTIES AND VIOLENCE OF HYDROX PRODUCTION (HA)**

**By**

**AGUS HENDRIYANTO**

Hydroxyapatite (HA) is one of the ingredients for tissue and porous applications. Hydroxyapatite (HA) including the base material with bone tissue in the human body or biocompatible requirements, (HA) can be bdi production with sufficient calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>) base material. The purpose of this research is to develop the limestone (HA) based fabrication material (HA) of Lampung Province as one of the materials in the specification of human bone with variation of Ballmil time 2 hours, 3 hours, 4 hours at 300 rpm rotation, sintering temperature variation 600 °C, 800 °C, 1000 °C during 2 hours, 3 hours, 4 hours with FTIR characterization technique, XRD, SEM - EDX and hardnes vikers hardness test.

The composition of mountain beranti limestone contains 97.43% of calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>) which can be applied to bone tissue. The result of FTIR

spectra test of hydrothermal method of lime powder having been calcined has peak group on  $\text{PO}_4^{3-}$  (phosphate) detected at  $1025,45 \text{ cm}^{-1}$  vibration wave for Ca-O (calcium oxide) having distance of  $1413,59 \text{ cm}^{-1}$  and the OH group is at a distance of  $3030.33 \text{ cm}^{-1}$ , resembling a commercial product. The XRD pattern that resembles a commercial product on the highest peak x-ray diffraction pattern 100% has an angle of  $2\theta : 32.26$ . Characterization of SEM-EDX on SEM analysis result at  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  with time 4 hours showed homogeneous microstructure. EDX results that have the highest calcium and phosphate elements in the 300 rpm milling process for 2 hours. Vibration test vikers have the highest hardness value at  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  with time 4 jam.

Lampung Limestone Province resembles a commercial product that can be used in the process of filling the porous bone tissue.

Keywords: Lime Stone, Hydroxyapatite, FTIR, XRD, SEM, EDX

**PENGARUH TEMPERATUR SINTER DAN WAKTU PEMANASAN  
BAHAN BATU KAPUR ALAM PROVINSI LAMPUNG TERHADAP  
SIFAT FISIK DAN KEKERASAN PRODUK HIDROKSIAPATIT (HA)**

**Oleh**

**AGUS HENDRIYANTO**

**Tesis**

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar  
MAGISTER TEKNIK**

**Pada**

**Program Pascasarjana Magister Teknik Mesin  
Fakultas Teknik Universitas Lampung**



**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER TEKNIK MESIN  
FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

**Judul Tesis : PENGARUH TEMPERATUR SINTER DAN WAKTU PEMANASAN BAHAN BATU KAPUR ALAM PROVINSI LAMPUNG TERHADAP SIFAT FISIK DAN KEKERASAN PRODUK HIDROKSIAPATIT (HA)**

**Nama Mahasiswa : Agus Hendriyanto**

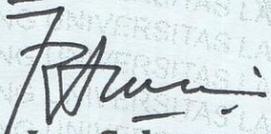
**Nomor Pokok Mahasiswa : 1525021008**

**Program Studi : Magister Teknik Mesin**

**Fakultas : Teknik**

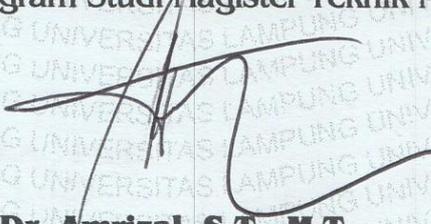
**MENYETUJUI**

**1. Komisi Pembimbing**

  
**Dr. Irza Sukmana, S.T., M.T.**  
NIP 19721211 199803 1 002

  
**Dr. Shirley Savetlana, S.T., M.Met.**  
NIP 19700412 199703 1 006

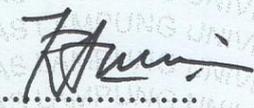
**2. Ketua Program Studi Magister Teknik Mesin**

  
**Dr. Amrizal, S.T., M.T.**  
NIP 19700202 199803 1 004

**MENGESAHKAN**

**1. Tim Penguji**

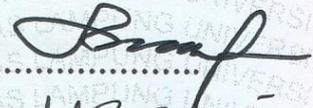
**Pembimbing I : Dr. Irza Sukmana, S.T., M.T.** .....



**Pembimbing II : Dr. Shirley Savetlana, S.T., M.Met.** .....



**Pengujii : Dr. Sugiyanto, M.T.** .....



**Pengujii : Dr. Gusri Akhyar, S.T., M.T.** .....

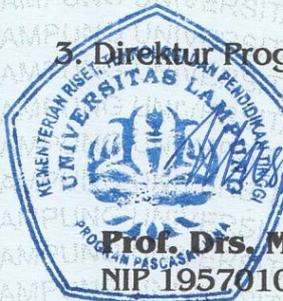


**2. Dekan Fakultas Teknik**



**Prof. Suharno, M.S., M.Sc., Ph.D.**  
NIP.19620717 198703 1 002

**3. Direktur Program Pascasarjana Universitas Lampung**



**Prof. Drs. Mustofa, M.A., Ph.D.**  
NIP 19570101 198403 1 020

**Tanggal Lulus Ujian Tesis : 26 Januari 2018**



**KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI DAN PENDIDIKAN TINGGI RI**  
**UNIVERSITAS LAMPUNG**  
**FAKULTAS TEKNIK**  
**PROGRAM PASCASARJANA MAGISTER TEKNIK MESIN**  
Jalan prof. Dr. Sumantri Brojonegoro No.1, Gedong Meneng – Bandar Lampung  
35145

---

### SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan dengan sebenarnya bahwa:

1. Tesis dengan judul “Pengaruh Temperatur Sinter Dan Waktu Pemanasan Bahan Batu Kapur Alam Provinsi Lampung Terhadap Sifat Fisik Dan Kekerasan Kualitas Produk Hidroksiapatit (Ha)” adalah karya saya sendiri dan saya tidak melakukan penjiplakan atau pengutipan atas karya penulis lain dengan cara yang tidak sesuai dengan etika ilmiah yang berlaku dalam masyarakat akademik atau yang disebut plagiatisme.
2. Hak intelektual atas karya ilmiah ini diserahkan sepenuhnya kepada Universitas Lampung.

Atas pernyataan ini, apabila dikemudian hari ternyata ditemukan adanya ketidakbenaran, saya bersedia menanggung akibat dan sanksi yang diberikan kepada saya, saya bersedia dan sanggup dituntut sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 26 Januari 2018  
Yang Membuat



Agus Hendriyanto  
NPM.1525021008

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kota Metro, Propinsi Lampung pada tanggal 22 Agustus 1983 sebagai anak ke dua dari empat bersaudara, dari Bapak Hi. Jamal Haris dan Hj. Suwarni.

Pendidikan sekolah dasar selesai oleh penulis di SDN 01 Ajibarang, Banyumas Jawa-Tengah pada tahun 1996, kemudian tahun 1996-1999 penulis melanjutkan Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMP Kartika Metro, Pada Tahun 1999-2002 penulis menyelesaikan pendidikan Menengah Atas (SMA) di SMK Muhammadiyah Metro. Pada Tahun 2002-2007 penulis menempuh Pendidikan S-1 di Fakultas Teknik Jurusan Teknik Mesin pada Institute Sains dan Teknologi Nasional (ISTN) Jakarta Pada tahun 2015 penulis melanjutkan Pendidikan Pasca Sarjana di Universitas Lampung Jurusan Magister Teknik Mesin. Saat ini penulis bekerja sebagai Tenaga Pengajar di Sekolah Tinggi Teknologi Nusantara Lampung.

## **Motto**

**”Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain). Dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap.”  
(QS. Al-Insyirah,6-8)**

**Pendidikan merupakan perlengkapan paling baik untuk hari tua  
(Aristoteles)**

**Tugas kita bukanlan untuk berhasil.  
Tugas kita adalah untuk mencoba,  
Karena di dalam mencoba itulah kita menemukan dan  
Membangun kesempatan untuk berhasil  
(Mario Teguh)**

**Banyak kegagalan hidup terjadi karena orang-orang tidak menyadari  
Betapa dekatnya kesuksesan ketika mereka menyerah  
(Thomas Alfa Edison)**

## **PERSEMBAHAN**

Alhamdulillah, puji syukur kepada Allah...  
Diri ini tiada daya tanpa kekuatan dari-Mu...  
Shalawat dan salamku kepada suri tauladanku Nabi Muhammad  
SAW...

Ku harap syafa'atmu di penghujung hari nanti...  
Dengan segala ketulusan hati kupersembahkan

### ***Yang Pertama***

Ayah dan Ibunda tersayang Hi.Jamal Haris dan Hj. Suwarni  
Engkaulah guru pertama dalam hidupku...  
Pelita hatimu yang telah mengasihiku dan menyayangiku dari lahir  
sampai mengerti luasnya ilmu di dunia ini dan sesuci do'a malam  
hari...

Terima kasih atas semua yang telah engkau berikan kepadaku.

### ***Yang Kedua***

Spesial buat mutiara hati Istri ku Ariza Umami, SH.M.H. dan buah  
hatiku Fiorenza Gaozhan Fawwaz, serta Bayi mungil ku yang sedang  
dalam kandungan....

Kalianlah yang mempunyai kebeningan hati dengan belaian kasih  
sayang sesejuk embun yang kau berikan padaku sehingga aku bisa  
bersemangat dan berpacu untuk maju...

Aku ingin melihat kalian dengan tenang setenang mentari dan sinar  
pagi...

Aku mencintai kalian istri dan anaku dengan lembut selembut sutra  
dan tetesan air mata...

Aku menyayangi kalian dengan segenap jiwa dan ragaku.....

## SANWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran ALLAH SWT karena atas rahmat dan hidayah-Nya tesis ini dapat diselesaikan.

Tesis dengan judul “Pengaruh Temperatur Sinter Dan Lama Pemanasan Bahan Batu Kapur Alam Provinsi Lampung Terhadap Kualitas Hidroksiapatit (HA) Menggunakan Teknik Pencampuran Aquades” adalah salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Magister Teknik di Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Suharno, selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Lampung
2. Bapak Ahmad Su’udi, selaku Ketua Jurusan Teknik Mesin
3. Bapak Dr. Amrizal, selaku Ketua Program Magister Teknik Mesin
4. Bapak Irza Sukmana, S.T., M.T., PhD selaku Dosen pembimbing utama atas kesediaannya memberikan bimbingan, saran, dan masukan dalam proses penyelesaian Tesis ini.
5. Ibu Dr. Shirley Savetlana, S.T., M.Met selaku Dosen Pembimbing kedua atas kesediaannya memberikan bimbingan, saran, dan masukan dalam proses penyelesaian Tesis ini
6. Bapak Dr. Sugiyanto, M.T. Dosen Penguji yang telah memberikan masukan selama proses pengujian.

7. Pusat Teknologi Material BPPT SERPONG, terutama Dr. Dwi Gustiono, SSi., M.Eng. dan seluruh Tim Biomaterialnya yang telah memberikan kesempatan dan masukan selama proses penelitian.
8. Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI) atas dukungan finansialnya melalui DIPA BLU Program Hibah Pasca Sarjana Universitas Lampung tahun 2017.
9. Orang Tua, Istri dan anak-anak tercinta yang telah memberikan dukungannya dan motivasinya.
10. Kawan-kawan seperjuangan Angkatan II Magister Teknik Mesin dan kawan –kawan Magister Teknik Mesin Universitas Lampung angkatan 2015.

Akhir kata, penulis menyadari akan kekurangan dan kelemahan dalam penyajian Tesis ini, oleh karena itu Penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak yang sifat membangun demi perbaikan di masa yang akan datang. Penulis berharap semoga Tesis ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Bandar Lampung, 26 Januari 2018

Penulis

Agus Hendriyanto

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
ABSTRAK .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	vi
SURAT PERNYATAAN .....	vii
DAFTAR RIWAYAT HIDUP.....	viii
MOTTO .....	ix
PERSEMBAHAN.....	x
SANWACANA.....	xi
DAFTAR ISI .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xvii
DAFTAR TABEL.....	xviii
<b>BABI    PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
A. Latar Belakang dan Permasalahan.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	5
C. Batasan Masalah.....	5
D. Sistematika Penulisan.....	5

<b>BABII</b>	<b>TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>7</b>
A.	Tulang Manusia .....	7
B.	Hidroksiapatit .....	11
C.	Sifat Hidroksiapatit.....	14
D.	Jenis Hidroksiapatit .....	15
E.	Batu Kapur .....	16
F.	Macam-macam batu kapur .....	17
G.	Fungsi batu kapur .....	18
H.	Kalsit .....	19
I.	Sintesa DHP Merek Jerman.....	22
J.	Alat Pengamatan Proses Pembuatan Hidroksiapatit (HA).....	23
<b>BABIII</b>	<b>METODE PENELITIAN .....</b>	<b>31</b>
A.	Metode Pembuatan .....	31
B.	Bahan dan Alat .....	31
C.	Waktu dan Tempat .....	40
D.	Rencana dan Jadwal Penelitian .....	41
E.	Proses Pembuatan.....	41
F.	Diagram Penelitian .....	43
G.	Pengambilan Data.....	44
<b>BAB IV</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>45</b>
A.	Hasil uji batu kapur Provinsi Lampung.....	45

B. Hasil Pengujian FTIR .....	46
C. Hasil Pengujian Pola XRD .....	48
1. Pola XRD serbuk lokal .....	49
2. Pola XRD 600 <sup>0</sup> C .....	50
3. Pola XRD 800 <sup>0</sup> C .....	51
4. Pola XRD 1000 <sup>0</sup> C .....	52
D. Hasil Karakterisasi SEM-EDX .....	56
1. Morfologi serbuk murni batu kapur .....	57
2. Morfologi SEM 600 <sup>0</sup> C .....	58
3. Morfologi SEM 800 <sup>0</sup> C .....	59
4. Morfologi SEM 1000 <sup>0</sup> C .....	59
E. Hasil EDX .....	61
1. Hasil EDX serbuk murni batu lokal .....	61
2. Hasil EDX 600 <sup>0</sup> C .....	63
3. Hasil EDX 800 <sup>0</sup> C .....	64
4. Hasil EDX 1000 <sup>0</sup> C .....	65
F. Pengaruh waktu dan teperatur sintering pada bahan HA .....	66
1. Perbandingan nilai Ca sebelum dan sesudah sinter .....	66
2. Perbandingan nilai fosfat .....	67
3. Perbandingan nilai oksigen .....	67
G. Perbandingan Pengujian kekerasan vikers .....	68
H. Pembahasan .....	69

<b>BABV</b>	<b>SIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>80</b>
A.	Simpulan.....	80
B.	Rekomendasi .....	81

**DAFTAR PUSTAKA**

**DAFTAR GAMBAR**

<i>Gambar</i>	<i>Halaman</i>
1. Struktur Rinci Tulang Manusia.....	9
2. Struktur kristal Hidroksiapatit.....	11
3. Pola XRD (a) SRM 2910, (b) Hap 200.....	13
4. Pola FTIR (a) SRM 2910, (b) Hap 200.....	14
5. Mesin <i>Ball Mill</i> .....	32
6. Mesin <i>Mess</i> .....	33
7. Mesin <i>Oven</i> .....	34
8.. Mesin Sintering.....	35
9. Mesin Kompaksi .....	36
10. Mesin XRD .....	37
11. Mesin FTIR.....	38
12. Mesin SEM .....	39
13. Mesin uji kekerasan .....	40
14. Diagram Penelitian.....	43
15. Pola FTIR 600°C.....	47
16. Pola FTIR 800°C.....	47
17. Pola FTIR 1000°C.....	48

18. Kalsinasi serbuk alam Provinsi Lampung.....	49
19. Pola XRD Temperatur Sintering 600°C.....	50
20. Pola XRD Temperatur Sintering 800°C.....	51
21. Pola XRD Temperatur Sintering 1000°C.....	53
22. Pola grafik HA lokal 600 °C menyerupai HA komersil.....	54
23. Pola XRD gabungan HA lokal dan HA standar.....	55
24. Morfologi Sem Serbuk Murni.....	58
25. Morfologi Sem 600°C.....	58
26. Morfologi Sem 800 °C.....	59
27. Morfologi Sem 1000°C.....	60
28. Hasil EDX Serbuk Batu kapur lokal.....	62
29. Hasil EDX 600 <sup>0</sup> C.....	63
30. Hasil EDX 800 <sup>0</sup> C.....	64
31. Hasil EDX 1000 <sup>0</sup> C.....	65
32. Grafik Perbandingan unsur kalsium.....	66
33. Grafik Perbandingan unsur fosfat.....	67
34. Grafik Perbandingan unsur oksigen.....	68
35. Grafik Gabungan Kekerasan HA.....	69

**DAFTAR TABEL**

<i>Tabel</i>	<i>Halaman</i>
1. Perbandingan sifat mekanik hidroksiapatit dengan tulang manusia .....	10
2. Pola XRD Produk Komersil Luar Negri .....	13
3. Komposisi kimia batu kapur hasil pengujian XRF .....	17
4. Rencana Penelitian .....	41
5. Pengambilan Data .....	44
6. Komposisi kimia batu kapur hasil pengujian <i>cemical</i> analisis batu kapur Beranti .....	45
7. Pola XRD serbuk 600°C, 800°C, 1000°C .....	54

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **A. Latar Belakang**

Secara luas tulang memiliki beberapa fungsi, diantaranya adalah: fungsi mekanik, pelindung, metabolisme dan fungsi hematopoietik atau juga berfungsi untuk menopang tubuh manusia dan melindungi jaringan lunak lain, seperti: jantung, hati, paru-paru dan lain lain. Pada bagian tulang memiliki bagian penting yaitu sum-sum, didalam sum-sum terdapat mineral-mineral penting seperti kalsium dan fosfat (Sihombing, dkk., 2012). Berfungsi sebagai tempat berkembangnya sel-sel darah merah pada proses pembentukan tulang (Mahanani, 2013).

Kerusakan pada jaringan tulang dapat menimbulkan kecacatan struktur yang akan menyebabkan gangguan fungsi tubuh karena kehilangan mineral seperti kalsium dan fosfat. Faktor utama pada implan tulang adalah bahan yang mampu di terima pada jaringan tubuh manusia, menyatu dengan kuat serta berfungsi pada jaringan tubuh yang akan diimplan, harus bersifat biokompabilitas, toksisitas dan memiliki sifat bioaktif seperti hidroksiapatit.

*Fraktur* di kenal juga dengan istilah patah tulang. Patah tulang adalah terputusnya jaringan tulang atau tulang rawan dikarenakan benturan, kecelakaan, penyakit dan akibat terjadinya suatu proses degradasi tulang sehingga terjadi *fraktur* (Asrizal, 2014).

Mengikuti perkembangan teknologi dalam dunia medis terutama ortopedi yang berkaitan dengan tulang ada terobosan baru yang dikenal dengan teknologi material pengganti tulang. Dulu penderita osteoporosis (tulang keropos) untuk mendapatkan terapi tulang harus mengeluarkan biaya yang sangat mahal untuk membeli produk impor HA pengisi tulang atau (*bone filler*).

Kini penderita pengeroposan tulang tidak harus membayar mahal untuk melakukan pemulihan dan tidak harus menggunakan produk impor yang bernilai komersil. Ada resolusi untuk pemulihan terhadap pengeroposan tulang dengan menggunakan material batu kapur lokal yang bernilai ekonomis. Metode baru yang di gunakan dalam pengisi tulang, teknologi itu berupa material pengganti tulang dari biokeramik dan hidroksiapatit akan membantu menyembuhkan terapi tulang dan akan menyatu kedalam tulang (Jamarun, dkk., 2016).

Penelitian terdahulu menjelaskan pembuatan hidroksiapatit yang menggunakan kalsium alami sebagai sumbernya, antara lain penggunaan limbah cangkang kerang, cangkang telur, dan koral. Selain keterbatasan pada limbah cangkang kerang, cangkang telur dan koral, pemanfaatan organisme laut ini bisa terhambat isu lingkungan karena koral atau terumbu karang menjadi habitat bagi beragam jenis ikan. Maka karena alasan itulah,

penggunaan batu kapur menjadi pilihan dalam proses hidroksiapatit (Prabaningtyas, 2015).

Batu gamping atau batu kapur merupakan jenis bebatuan yang masih banyak ditemukan hampir mayoritas di wilayah Indonesia. Batu gamping adalah jenis batuan yang banyak mengandung kalsium karbonat. Jenis mineral karbonat yang terdapat pada batu gamping yaitu aragonit ( $\text{CaCO}_3$ ) yang banyak mengandung mineral, dimana pada waktu tertentu akan berubah menjadi kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) (Noviyanti, dkk., 2015).

Penggunaan batu kapur sebagai *implan* yang digunakan pada tulang dan untuk memperbaiki bagian dari tulang manusia, dengan mengubah batu kapur ke jenis serbuk hidroksiapatit (HA) yang terlebih dahulu mencari komposisi kimia supaya menjadi CaO (Margareta, dkk., 2015). Dimana CaO merupakan sarat utama untuk suatu proses pembuatan serbuk, dan harus mencapai rasio Ca/P sebesar 1,67 (Putri, dkk., 2015).

Serta membentuk susunan kristal yang sama pada hidroksiapatit untuk tulang manusia/hewan, penggunaan dari serbuk ini harus melalui beberapa tahapan yaitu, dengan menggunakan mesin *ball mill* untuk mengubah batu kapur menjadi serbuk. Bongkahan batu kapur di cuci dengan air bersih setelah batu kapur dibersihkan, batu kapur dikeringkan kemudian dihaluskan menjadi serbuk setelah itu dicampur natrium hidrogen fosfat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) dengan cairan aquades kemudian di *ball mill*, *oven*, kompaksi, Sinter untuk dapat dianalisa dengan seperti FTIR, XRD, SEM-EDX dan uji kekerasan untuk mendapat material yang sesuai dengan kebutuhan dari tulang manusia.

Hidroksiapatit (HA) merupakan unsur kimia yang memiliki mineral apatit dengan formula  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  (Margareta, dkk, 2015). Hidroksiapatit pada saat ini banyak di butuhkan untuk memperbaiki, mengisi, serta menambahkan dan merekontruksi jaringan tulang yang sudah rapuh atau patah, pada jaringan lunak.

Hingga saat ini cacat tulang merupakan masalah serius dalam ortopedi, sebagai pengisi tulang (*bone filler*) yang rusak atau patah maka harus dicari bahan pengisi yang mirip dengan struktur tulang, dalam hal ini yang dibutuhkan adalah komposisi mineral, bikompatibel dan bioaktif. Maka hidroksiapatit (HA) batu kapur dapat digunakan pada dunia kesehatan sebagai pengganti atau pengisi tulang (*bone filler*) yang rusak.

Untuk perbaikan tulang tersebut maka diperlukan pengembangan bahan (mikro dan nano) yang kompatibel dengan batu kapur. Sebuah penelitian material dari alam yang dapat efektif dalam mengkonsolidasikan tulang manusia dengan batu kapur pada proses hidroksiapatit (HA), yang baru-baru ini telah diusulkan untuk pengembangan biomedis.

Pada penelitian terdahulu menggunakan parameter percampuran  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dengan  $\text{CaCO}_3$  lalu ditambahkan aquades, dengan waktu milling 15, 30, 45, 60, 180 menit dengan kecepatan putar 200, 400, 600, rpm kemudian di panaskan dengan temperatur  $80^\circ\text{C}$  dengan waktu 24 jam.

Penelitian ini akan menggunakan material dari batu kapur pegunungan di ubah menjadi serbuk mikro. Yang akan di gunakan sebagai pengganti kalsium dan fosfat untuk tulang dengan parameter kecepatan milling 300 rpm selama 2, 3 dan 4 jam dan temperatur sinter  $600^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$ , dan  $1000^\circ\text{C}$

selama 2, 3 dan 4 jam. Dalam penelitian ini akan diuji sifat fisik dan kekerasan batu kapur lokal Provinsi Lampung sebagai bahan baku hidroksiapatit (HA).

## **B. Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan penelitian adalah:

1. Mengembangkan material dari batu kapur sebagai produk hidroksiapatit
2. Melakukan pengamatan dengan menggunakan FTIR, XRD, SEM dan EDX.
3. Melakukan pengujian kekerasan.

## **C. Batasan Masalah.**

Didalam penelitian dibatasi:

1. Bahan: Batu Kapur yang digunakan berasal dari bahan alam di Provinsi Lampung.
2. Diameter Serbuk Batu Kapur dibawah 250  $\mu\text{m}$ .
3. Analisa morfologi SEM dilakukan untuk sampel dengan parameter sinter 600°C selama 2 jam, 800°C selama 3 jam, 1000°C selama 4 jam.

## **D. Sistmatika Penulisan.**

Bab I Pendahuluan: Latar Belakang, Tujuan Penelitian, Batasan Masalah, Sistematika Penulisan, judul sub bab.

Bab II Landasan Teori: Pengertian Tulang, Pengertian Batu Kapur, Komposisi Batu Kapur, Macam-macam Batu Kapur, Fungsi Batu Kapur, Hidroksiapatit, Karakteristik Hidroksiapatit, Jenis Hidroksiapatit, Kalsit, Jenis Kalsit, Sintesa (Pencampuran) Hidroksiapatit DHP Merck Jerman.

Bab III Metodologi Penelitian, judul sub bab, Alat dan bahan, Waktu dan Tempat, Rencana jadwal penelitian, diagram penelitian, pengambilan data.

Bab IV Hasil Penelitian Menjelaskan data hasil pengujian dengan bahan dasar batu kapur serta pengujian karakterisasi yang di gunakan seperti: FTIR, XRD, SEM, EDX, dan uji kekerasan.

Bab V Kesimpulan dan Saran Menjelaskan hasil kesimpulan dari bab sebelumnya serta memberikan saran untuk penelitian yang telah dilakukan.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **A. Tulang Manusia**

Pembentukan jaringan tulang manusia berproses pada saat masih janin dan berkembang sampai usia 35 tahun. Pada saat pertumbuhan dari sejak usia nol sampai usia 30 hingga 35 tahun, akan tergantung pada kondisi individual manusia tersebut dan akan mulai berhenti pada puncak massa pertumbuhan tulang. Pada prinsipnya pertumbuhan tulang manusia ada yang bagus dan ada yang kurang bagus, tergantung pada asupan kalsium yang dikonsumsi individual tersebut dari usia nol sampai masa akhir pertumbuhan tulang.

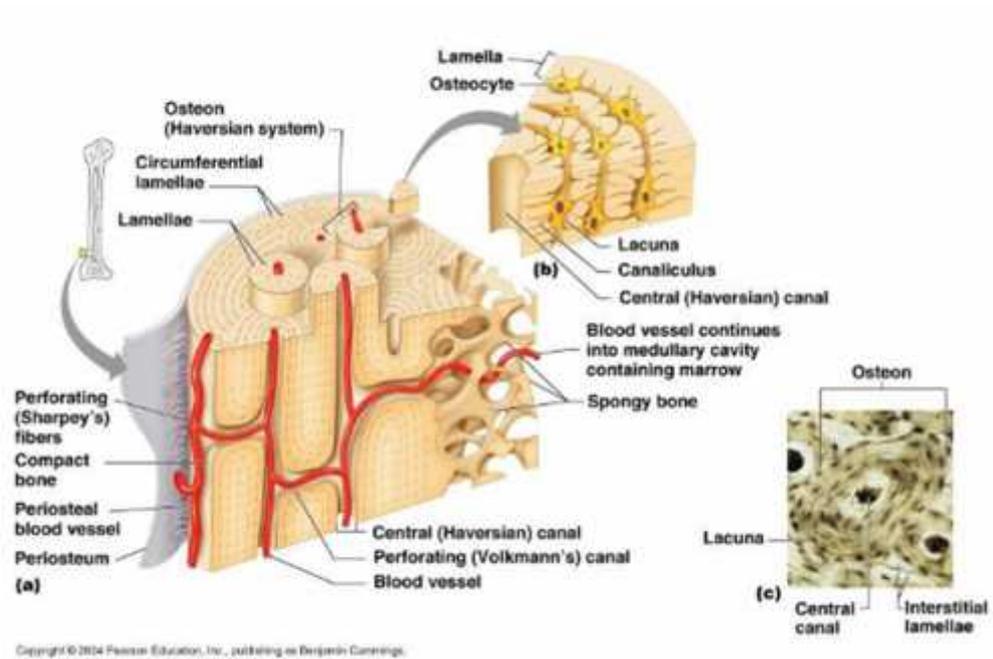
Apabila asupan kalsium yang dikonsumsi sejak awal selalu terjaga dengan baik maka hingga akhir masa pertumbuhan tulang akan tercapai yang maksimal, tetapi jika dari awal pertumbuhan tulang tidak terjaga serta kurangnya asupan kalsium yang dikonsumsi, maka diakhir pertumbuhan tulang akan mengalami kekurangan kalsium dan akan mengakibatkan tulang akan rapuh sehingga mudah terjadi pengeroposan (*Osteoporosis*). (Sihombing, 2012). Kerusakan tulang atau *defek* tulang disebabkan oleh berbagai macam sebab, antara lain benturan, penyakit, pengangkatan tumor, dan juga kecacatan pada masa pertumbuhan atau pembentukannya. Namun

pada kasus retak ringan, tulang dapat memperbaiki kerusakan oleh dirinya sendiri. Namun sebaliknya pada kasus kerusakan tulang yang berat, tulang tidak mengalami perbaikan sendiri kecuali dengan bantuan tindakan medis yang biasa disebut dengan *critical defect* (cacat kritis).

Untuk memperbaiki *critical defect*, agar kembali berfungsi seperti sedia kala, maka diperlukan pembedahan untuk merekonstruksi tulang. Saat ini dengan kemajuan teknologi khususnya dunia medis, dikenal suatu metode teknologi rekayasa jaringan yang berfungsi memfasilitasi regenerasi jaringan yang dibutuhkan. Rekayasa jaringan dilakukan untuk membantu keberhasilan rekonstruksi tulang. Dalam rekonstruksi jaringan tulang ada bagian vital yang bekerja membangun jaringan yang rusak, bagian itu biasa dikenal dengan sel. Sel memerlukan ruang yang sesuai untuk hidup dan berdiferensiasi menjadi sel tulang atau disebut dengan *osteoblas* (Maharani, 2013).

Perbaikan tulang atau modeling pada setiap manusia berbeda-beda. Biasanya pertumbuhan tulang manusia berakhir pada usia 30 sampai 35 tahun, serta akan mengalami peremajaan tulang atau modeling diganti dengan tulang yang baru masih muda secara alami. Tetapi pada saat proses pengantian tulang yang baru akan sangat tergantung pada asupan gizi dan kalsium, dengan asupan kalsium 800–1200 mg perhari, puncak massa tulang ini bisa dipertahankan. Kebutuhan kalsium sangat ditentukan oleh kebutuhan tulang dan aktivitas fisik. Kalsium merupakan zat gizi mikro yang sangat penting untuk tulang manusia.

Pada gambar 1, merupakan struktur rinci dari tulang:



Copy peason education publishing Benjamin Cummings

Gambar 1. Struktur rinci dari tulang manusia.

Pada struktur tulang terbagi 3 adalah: Jaringan tulang padat (Gambar 1.a), tulang merupakan jaringan dinamis dimana sel-sel lama dirombak untuk diganti dengan sel-sel baru dimana keseimbangan dalam resorpsi dan formasi tulang menentukan desintasnya dan mempengaruhi kerentanan terhadap fraktur. Matrik tulang (Gambar 1.c), Matrik tulang tersusun dalam lapisan atau lamel-lamel setebal 3-7 mm. Lamel-lamel hasil peletakan matrik yang terbentuk secara ritmik. Serat dalam lamel teratur sejajar dalam bentuk pilinan atau heliks. Puncak pilinan beralih dalam lamel sebelahnya dengan sudut  $90^0$  (Sihombing, dkk:2012). *Osteosit* (Gambar 1.b), adalah Sistem *Harvesian* yang terdiri dari kanal *Haversian* pusat melalui pembuluh darah. Kekosongan rongga kecil yang berisi Cairan *periosteocytic* yang mengandung kalsium dan fosfat ion. Dalam tulang terdapat ruang sum-sum

yang dipisahkan oleh pelat tipis yang disebut *trabeculae*. Tulang manusia dapat digambarkan sebagai batang komposit yang berukuran nano apatit (<100 nm) tersusun dalam *lamellae* dan terikat *collagen*. (Bampoh, et al., 2012).

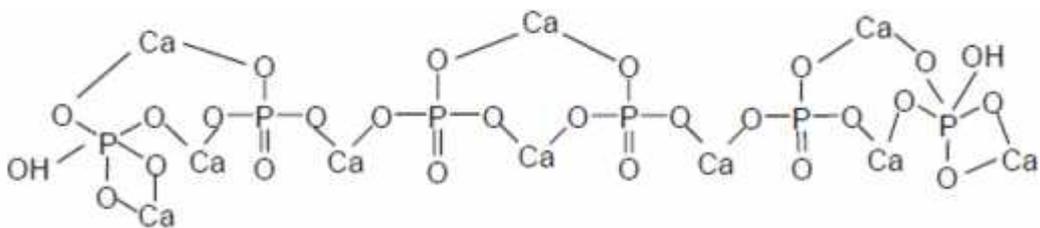
Komponen utama tulang dan enamel gigi adalah mineral alami, untuk memberikan kekakuan yang diperlukan pada tulang dan fungsi gigi. Hidroksiapatit (HA) merupakan kristalit nano terdiri dari Ca/P dengan rasio 1,67 yaitu perbandingan antara (kalsium/fosfat). Menjadi biokompatibel dan bioaktif, sintetis HA telah dikembangkan untuk aplikasi biomedis dengan tujuan untuk mencapai bahan pengganti tulang alami. Keterbatasan penggunaan HA dalam aplikasi bantalan beban karena kerapuhan, kurangnya ketangguhan dan fleksibel. Namun HA dapat digunakan sebagai pelapis pada implan, atau pengisi tulang. Berikut tabel 1. Merupakan sifat mekanik hidroksiapatit dan jaringan tulang:

Tabel 1. Perbandingan sifat mekanik Hidroksiapatit dengan tulang manusia (Denkana, et al., 2013 ; Witte, et al., 2013)

Jaringan/Material	Kekuatan Tekan Mpa	Kekuatan Tekan MPa	Modulus Elastisitas Gpa	Kekuatan Luluh Mpa	Densitas gr/cm <sup>3</sup>
Tulang kortical	164-240	35-283	5 – 23 0.001 –	38-300	1,7 -.0
Tulang Cancellous		1,5 – 38	1,570	1	1.7 -2,0
Synthetic Hydroxyapatite	100-900	40-200	70-120	3-7	2,7 -2.8

## B. Hidroksiapatit (HA)

Hidroksiapatit berasal dari bahasa Yunani (*apato*) yang dimaknai dengan kata palsu. Hidroksiapatit dapat dipahami sebagai bentuk senyawa biokeramik yang dibentuk dari bagian atau unsur kalsium dan fosfat dengan rumus  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  dan memiliki struktur heksagonal dengan parameter kisi  $a = 9,443 \text{ \AA}$  dan  $c = 6,87 \text{ \AA}$  serta rasio Ca/P sekitar 1,67. Seorang ahli mineralogi yang bernama Werner, mengelompokkan hidroksiapatit ke dalam senyawa apatit berbasis fosfat. (Mulyaningsih, 2007). Kemajuan dunia medis saat ini, berpengaruh pada tingginya penggunaan hidroksiapatit sebagai bahan implementasi dalam bidang ortopedi. Teknologi material pengganti tulang dari biokeramik hidroksiapatit bersifat biokompatibel akan menyatu dengan tulang sehingga tidak perlu diangkat. (Sedyono, dan Tantowi, 2008). Gambar 2 struktur hidroksiapatit.



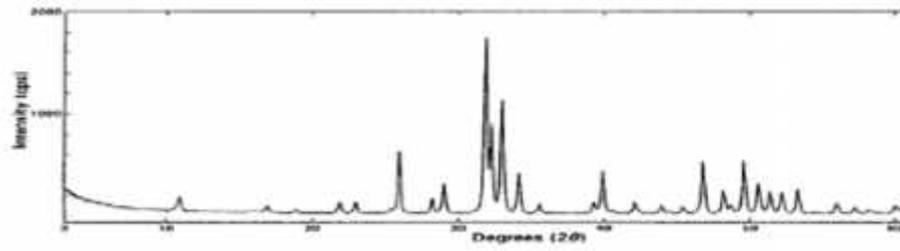
Gambar 2. Struktur kristal hidroksiapatit (Herdianto, 2011).

Gambar 2 di atas menunjukkan komposisi kimia HA murni  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  bahwa terdapat dua atom bebas dalam satuan sel. Atom Ca(2) dikelilingi oleh 6 atom oksigen milik gugus P-O dan gugus OH, sedangkan atom Ca(1) hampir *oktahedral* yang dikelilingi oleh 6 atom oksigen. Atom Ca(2) membentuk segitiga normal yang tersusun sepanjang sumbu. Hidroksiapatit dapat dikatakan mirip dengan mineral apatit pada tulang, selain itu

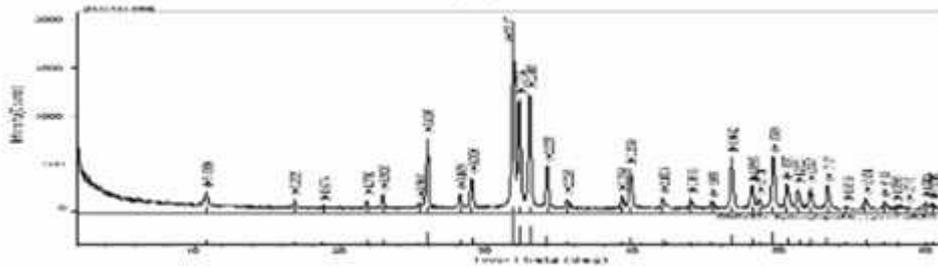
keutamaan hidroksiapatit juga dapat membentuk ikatan yang kuat pada jaringan tulang. Banyak penelitian yang menjelaskan bahwa porous hidroksiapatit bersifat *osteokonduktif*, *biokompetebel*, dan *inert*. (Herdianto, 2008).

Hidroksiapatit (HA) yang dikelompokkan dalam kategori *Apatite*, dari tahun 2009 hingga 2012 menunjukkan kenaikan yang signifikan. Kemudian tahun 2009 tercatat data impor kelompok *Apatite* sebesar 5 kg per tahun, di tahun 2010 tercatat sebesar 58,5 ton/tahun, selanjutnya tahun 2011 tercatat sebesar 80 ton per tahun, sedangkan pada tahun 2012 mengalami kenaikan yang signifikan yaitu sebesar 1330 ton per tahun (Akbar, 2014). Dari data tersebut dapat disimpulkan jika pertumbuhan kebutuhan kelompok *Apatite* yang mewakili hidroksiapatit lebih dari 35 % pertahun. Selama ini kebutuhan hidroksiapatit lebih didominasi dari pasar impor, salah satunya adalah Negara Jepang. Dan mirisnya biaya yang dikeluarkanpun tidak sedikit, karena kapasitas hidroksiapatit masing-masing perusahaan berbeda-beda.

Setelah dilakukan penelitian oleh BPPT terhadap komposisi hidroksiapatit impor, maka banyak ditemukan kesamaan unsur-unsur kimia yang terdapat pada hidroksiapatit impor seperti HA, SRM 2910 dan HA 200 Wako Jepang, terdapat pula di Indonsia salah satu nya dari kanduungan batu kapur. Gambar 3 pola XRD produk komersil.



(a)



(b)

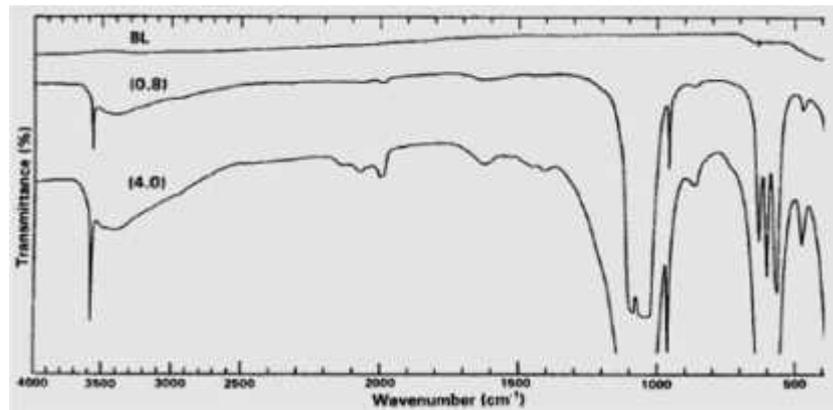
Gambar 3. Pola XRD produk komersil (a) SRM 2910, (b) HA 200 jepang

Pada Tabel 2 merupakan produk komersil luar negeri.

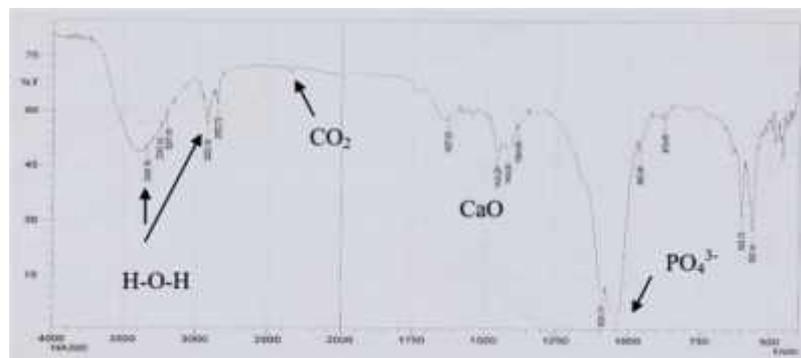
Tabel 2. Pola XRD produk komersil luar negeri (HA 200, Wako Taihei jepang)

HA SRM 2910 (USA)			HA 200 (Jepang)		
2θ	D(A)	Tinggi(%)	2θ	D(A)	Tinggi(%)
31,77	2,81	100	31,80	2,81	100
32,18	2,78	53	32,24	2,77	57
32,90	2,72	63	32,92	2,72	61
25,86	3,44	35	25,96	3,43	38

Gambar 4 merupakan pola FTIR produk komersil luar negeri.



(a)



(b)

Gambar 4. Pola FTIR prodak komersil (a) SRM 2910, (b) HA 200

Dari Gambar 3, 4 dan pada Tabel 2, pola karakterisasi FTIR dan XRD standar produk hidroksiapatit.

### C. Sifat Hidroksiapatit ada tiga, antara lain yaitu:

#### 1. Struktur Kristal

Struktur kristal hidroksiapatit memiliki parameter kisi  $a_1 = a_2 = a_3 =$

$9.423 \text{ \AA}$  dan  $c = 6.875 \text{ \AA}$  ini menunjukkan bahwa kristal hidroksiapatit

berbentuk heksadiagonal. (Mulyaningsih, 2007).

## 2. Sifat Mekanik

Hidroksiapatit yang disintesis bermacam-macam, ini disebabkan karena adanya jenis struktur seperti porositas, ukuran butir, adanya pengotor, dan proses pembentukan hidroksiapatit yang bermacam-macam. Rasio perbandingan Ca/P berpengaruh juga terhadap sifat mekanik hidroksiapatit. Semakin besar perbandingan rasio Ca/P maka kekuatannya akan semakin meningkat, namun perbandingan tersebut akan mencapai maksimum pada  $\text{Ca/P} = 1,67$ .

### c. Sifat Hidroksiapatit sebagai *Bone Graft* (cacat tulang) ada 3 yaitu:

1. Biokompatibel, mudah menyatu ke dalam tubuh manusia dan tidak menimbulkan reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh manusia.
2. Bioaktif, dapat membentuk lapisan jaringan apatit biologis sehingga terbentuk ikatan kimia langsung dengan tulang.
3. Osteokonduktif, dapat menstimulasi pertumbuhan dan pembentukan tulang. Ketiga sifat tersebut bergantung pada beberapa faktor seperti derajat kristalinitas, ukuran kristalit, kondisi pada saat diproses (suhu dan tekanan), dan porositas. (Safanti Prabaningtyas, 2015).

## D. Jenis Hidroksiapatit

Hidroksiapatit dapat dibedakan menjadi dua jenis, antara lain:

### 1. Berdasarkan gugus penyusunnya.

Ion karbonat adalah salah satu ion yang banyak menggantikan gugus penyusun hidroksiapatit. Ada dua mekanisme substitusi gugus karbonat dalam senyawa hidroksiapatit, yaitu saat proses pemanasan dengan

temperatur rendah ion karbonat menggantikan gugus fosfat menghasilkan apatit karbonat tipe B, sedangkan pada saat proses pemanasan dengan temperatur tinggi ion karbonat menggantikan gugus karboksil menghasilkan apatit karbonat tipe A.

## 2. Berdasarkan ukuran serbuk

Hidroksiapatit dapat digunakan dalam bentuk serbuk ataupun padat. Hidroksiapatit dalam bentuk serbuk memiliki potensi besar untuk menyatu dalam tulang karena sifatnya mudah terserap dan dapat diterima oleh tubuh. Hidroksiapatit dalam bentuk serbuk terbagi menjadi dua ukuran, yaitu mikro dan nano. Hidroksiapatit ukuran mikro memiliki permukaan yang kecil dan memiliki ikatan kristal yang kuat sehingga mudah diserap oleh tubuh, meningkatkan biostabilitas dan kekuatan, sebaliknya hidroksiapatit dengan struktur nano memiliki kerapatan, kekuatan dan sifat bioaktif yang lebih baik.

## E. BatuKapur

Batu kapur (Gamping) adalah batu yang terbentuk secara organik di daerah tepi pantai yang melalui proses pembusukan atau pengendapan cangkang kerang, siput, ganggang, atau berasal dari kerangka binatang, serta koral dari kerang (Farhani, 2014). Ada beberapa jenis warna dari batu kapur seperti bewarna putih susu, abu muda, abu tua, coklat, kuning bahkan hitam, tergantung keberadaan mineral pengotornya. Batu kapur (Gamping) juga dapat terjadi pada proses, secara mekanik, serta secara kimia, seperti aragonit ( $\text{CaCO}_3$ ) mineral karbonat yang bercampur dengan batu kapur,

kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) (Noviyanti, dkk., 2015) merupakan proses perubahan pada waktu tertentu, serta memiliki berat jenis 2,7-2,8  $\text{g/cm}^3$ .

Batu kapur (Gamping) juga dapat tercampur pada mineral lain atau dolomit yang ditemukan dalam jumlah yang sedikit atau kecil seperti: *Siderit* ( $\text{FeCO}_3$ ), *Ankererit* ( $\text{Ca}_2\text{MgFe}(\text{CO}_3)_4$ ), dan *Magnesit* ( $\text{MgCO}_3$ ). Sebagai wilayah kepulauan, Indonesia banyak memiliki sumber daya alam batu kapur yang tersebar di seluruh kepulauan seperti di Provinsi Lampung.

Komposisi kimia batu kapur.

Komposisi pada batu kapur yang ada di alam saat ini kurang lebih mengandung 50 % kalsium karbonat, dan berbagai unsur lainnya seperti karbonat ( $\text{CO}_3$ ), kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ), magnesium oksida ( $\text{MgO}$ ), silikat ( $\text{SiO}_2$ ), aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dan Ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) komposisi kimia batu kapur Tuban proses pengujian XRF (*X Ray Fluorescence*) ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Komposisi Kimia Batu Kapur Tuban Hasil Pengujian dengan XRF (*XRay Fluorescence*) (Effendi, 2016)

No	Komposisi kimia	% Wt
1	Ca	92,1
2	Fe	2,38
3	Mg	0,9
4	Si	3,0
5	In	1,4
6	Mn	0,03
7	Lu	0,14

#### F. Macam macam batu kapur.

Selain batu kapur atau batu gamping, ada beberapa jenis atau macam-macam dari batu kapur diantaranya adalah:

- a. Kapur: sebuah batuan yang memiliki warna putih, abu-abu, kuning dll serta memiliki tekstur yang halus yang terbentuk dari pelapukan dari kerang laut yang terdapat unsur kapur.
- b. *Coquina*: batu kapur yang disebabkan oleh sisa organisme yang terbentuk pada pantai yang berbatasan dengan daratan.
- c. *Fossil Limestone*: batu kapur yang terjadi dari sisa fosil organisme akan menghasilkan batu kapur.  
*Oolitic Limestone*: Sebuah batu kapur yang terdiri dari kalsium karbonat dengan tekstur bulatan kecil yang dibentuk oleh presipitasi konsentris kalsium karbonat pada butir pasir.
- g. *Travertine*: Proses dimana sebuah batu kapur yang terbentuk oleh aliran air dari atas gua yang akan menghasilkan seperti *stalaktit*, *stalagmit* dan *flowstone*.
- f. *Tufa*: Batu kapur yang dihasilkan oleh proses pengendapan air kalsium sarat dengan aliran air panas, danau atau lokasi lainnya.

#### **G. Fungsi batu kapur.**

Batu kapur (*Limestone*) atau batu gamping yang banyak mengandung bahan  $\text{CaCO}_3$  (kalsium karbonat) sering digunakan sebagai bahan bangunan yang tidak asing bagi masyarakat di Indonesia dan dunia. Selain digunakan sebagai bahan bangunan, batu kapur atau batu gamping juga dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan kapur, menetralkan unsur tanah yang mengandung asam, pembangunan jalan aspal maupun beton, sebagai bahan campuran dalam (pasta gigi, kertas, plastik, cat, kramik, dll), sebagai pakan ternak, menghilangkan karat serta kotoran pada besi, kapur juga sering ditemukan

dalam obat-obatan dan kosmetik sebagai pigmen pemutih. Pada saat ini para ilmuwan melakukan penelitian pada batu kapur atau gamping untuk menjadi alternatif dibidang kedokteran sebagai pengganti kerusakan pada tulang manusia, batu gamping yang banyak mengandung dalam bentuk  $\text{CaCO}_3$  (kalsium karbonat) sangat mendekati pada pada sifat tulang manusia yaitu hidroksiapatit (HA) yang merupakan unsur atau kelompok apatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) (Kosachan, at al., 2015). Yang sering digunakan pada dunia medis sebagai tulang buatan serta pengisi tulang keropos, dikarenakan sifat nya yang biokompatibel, toksisitas dan osteokonduktif.

#### **H. Kalsit**

Endapan serbuk kalsit merupakan hasil perendaman pada batu gamping yang mengkristal dalam masa kristalin yang berlapis dan berupa stalaktit dan stalakmit. Kalsit memiliki unsur kimia ( $\text{CaCO}_3$ ) dapat ditemukan dalam keadaan murni dan tidak murni, tergantung pada kandungan mineral pengotornya. Mineral pengotor ini terbentuk karena adanya macam-macam unsur Ca oleh unsur logam seperti Mg, Fe, Mn. Dalam prosentase tertentu mineral pengotor kalsit akan membentuk mineral kapur lain seperti dolomit. Susunan senyawa dalam mineral kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ) dengan komposisi Ca = 40,04%; C = 12,0 %; O = 47,96 % atau CaO = 56,03 %;  $\text{CO}_2$  = 43,96 %, sedangkan mineral dolomit ( $\text{CaMgCO}_3$ ) dengan komposisi Ca=21,73%, Mg=13,18%, C=13,03%, O=52,06%, CaO=30,4%, MgO=21,7%,  $\text{CO}_2$  = 47,9% (Mulyaningsih, 2007).

Dalam pembuatan hidroksiapatit biasa digunakan tiga metode yaitu :

a. Metode basah (Metode presipitasi)

Metode basah menggunakan reaksi kimia untuk mengendapkan padatan dari larutannya. Pada metode ini  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dan prekursor fosfat seperti  $\text{H}_3\text{PO}_4$  direaksikan pada temperatur rendah ( $< 60^\circ\text{C}$ ) dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



Kelemahan dalam metode basah ini pH, laju penambahan dan pengadukan, temperatur pemanasan harus sangat diperhatikan karena akan berpengaruh pada struktur hidroksiapatit.

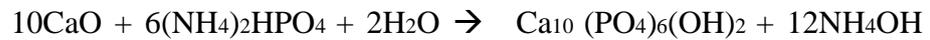
b. Metode sol-gel

Metode sol-gel adalah metode yang efektif untuk sintesis hidroksiapatit fase nano, karena dibutuhkan pengawasan terhadap beberapa faktor yang mempengaruhi seperti pH dan temperatur. Kelemahan dari proses tidak cukup dilakukan hanya sekali, tapi bisa dilakukan beberapa kali untuk hasil yang memuaskan dan biayanya cukup mahal. (Prabaningtyas, 2015)

c. Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal dapat didefinisikan sebagai proses mineralisasi berupa reaksi kimia yang melibatkan pelarut dengan suhu di atas suhu ruang dan tekanan di atas 1 atmosfer pada sistem tertutup, agar terbentuk kristal yang relatif tidak larut di bawah kondisi normal. Metode hidrotermal pada umumnya mereaksikan  $\text{CaO}$  yang didapat dari  $\text{CaCO}_3$  dengan prekursor fosfat seperti *diamonium hydrogen*

*phosphate* (DHP,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ) dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



Metode hidrotermal memungkinkan proses pembentukan material yang dapat diproses lebih lanjut, sehingga terbentuk padatan kristal tunggal, partikel murni atau nano-partikel. Kelebihan metode hidrotermal yaitu dapat mempercepat interaksi antara materi padat dan cair, dapat terbentuk fase murni dan material homogen, difusivitas tinggi, viskositas rendah, dan meningkatnya daya larut (Yoshimura, 2008). Terdapat dua jenis metode hidrotermal yaitu metode hidrotermal konvensional dan metode hidrotermal *microwave*. Penggunaan metode hidrotermal *microwave* memiliki tingkat efektifitas dan efisiensi waktu yang lebih tinggi dibandingkan metode hidrotermal konvensional

Di Indonesia yang merupakan negara kepulauan banyak menyimpan kandungan kalsit yang tersebar disetiap daerah kepulauan dan pegunungan terutama di daerah pulau jawa dan sumatra.

Dilihat dari pengolahannya, terdapat ada dua macam kalsit , yaitu *heavy calcite* dan *light calcite*.

- a. *Heavy calcite* adalah kalsit yang dibuat secara sederhana dengan menghilangkan kotoran yang melekat serta dilakukan penghancuran dan di ayak sesuai dengan ukuran yang di diharapkan. Untuk mendapatkan ukuran butir halus (<12 mesh) kalsit dipecahkan dengan

menggunakan *hammer mill*, dan untuk mendapatkan ukuran yang sangat halus ( $\pm 200$  mesh) digunakan *super mill*.

- b. *Light calcite* adalah kalsit yang diolah melalui proses kalsinasi. Reduksi ukuran terlebih dahulu dilakukan terhadap batu kapur kemudian dilakukan proses kalsinasi dengan memasukkan kapur yang telah direduksi ke dalam tungku dan dipanaskan sampai suhu 1000 – 3000°C yang akan menghasilkan kapur tohor dan gas CO<sub>2</sub>. Kemudian dilakukan penambahan air secukupnya terhadap kapur tohor dan penambahan kapur kembali untuk mengikat unsur Ca, sehingga akan diperoleh CaCO<sub>3</sub> dan air. Kalsium karbonat inilah yang dikenal dengan *light calcite*. Keunggulan dari metode ini adalah menghasilkan produk yang memiliki ukuran butir lebih halus dan regular serta kemurnian yang tinggi.

#### **I. Sintesa hidroksiapatit dengan menggunakan DHP Merck Jerman**

Penelitian terdahulu (Sedyono, 2008) menjelaskan mengenai hidroksiapatit yang didapat dari reaksi KNPG (*Kulon Progo Natural Gypsum*) dengan DHP merck Jerman yang dikenal dengan KPAHP (*Kulon Progo Hidroksiapatit*). Sintesa hidroksiapatit dari DPH Merck Jerman dilakukan dengan tahapan sebagai berikut, antara lain:

- a. Menimbang DHP Merck (tingkat kemurnian 99%) dengan timbangan mekanik untuk membuat larutan dengan konsentrasi 0,5 M.
- b. Menimbang serbuk gipsum KPNG untuk dicampur dengan larutan di atas, dengan perbandingan 5 gr serbuk KPNG dan 400 ml larutan DHP.

- c. Memasukkan campuran tersebut ke dalam *microwave* dan dipanaskan (proses hidrotermal) pada suhu 100°C (dicek dengan termometer) selama 30 menit.
- d. Mengambil larutan/campuran tersebut dari dalam *microwave*, lalu dicuci berulang-ulang dengan menggunakan aquades sekaligus disaring dengan kertas saring sampai pH netral (cek dengan kertas pH meter).
- e. Mengeringkan serbuk KPHAp di dalam *microwave* selama 3 menit.

**J. Alat pengamatan proses pembuatan Hidroksiapatit (HA)**

Untuk mengetahui karakteristik dari suatu bahan atau material, maka perlu dilakukan analisis bahan. Beberapa jenis analisis yang dibahas untuk keperluan penelitian ini diantaranya *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dan *Energy Dispersive X-ray (EDX)*.

a. Alat pengamatan FTIR

Pada dasarnya spektrofotometri FTIR adalah sama dengan spektrofotometri IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optik sebelum berkas sinar inframerah melewati sampel. Beberapa radiasi inframerah diserap oleh sampel dan sebagian dilewatkan (ditransmisikan). Spektrum yang dihasilkan merupakan penyerapan dan transmisi molekul, menciptakan bekas molekul dari sampel. Seperti sidik jari tidak ada dua struktur molekul khas yang menghasilkan spektrum inframerah sama (Thermo, 2001).

Salah satu hasil kemajuan instrumentasi IR adalah pemrosesan data seperti *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Teknik ini memberikan informasi dalam hal kimia, seperti struktur, gugus fungsi, polipaduan, perubahan induksi tekanan dan reaksi kimia. Dalam teknik ini padatan diuji dengan cara merefleksikan sinar inframerah yang melalui tempat kristal sehingga terjadi kontak dengan permukaan cuplikan. Degradasi atau induksi oleh oksidasi, panas, maupun cahaya, dapat diikuti dengan cepat melalui inframerah. Sensitivitas FTIR adalah 80-200 kali lebih tinggi dari instrumentasi dispersi standar karena resolusinya lebih tinggi. Teknik pengoperasian FTIR berbeda dengan spektrofotometer inframerah.

Pada FTIR digunakan suatu interferometer Michelson sebagai pengganti monokromator yang terletak di depan monokromator. Interferometer ini akan memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram. Spektroskopi FTIR digunakan untuk mendeteksi sinyal lemah menganalisis sampel dengan konsentrasi rendah analisis getaran (Robinson *et al*, 2005).

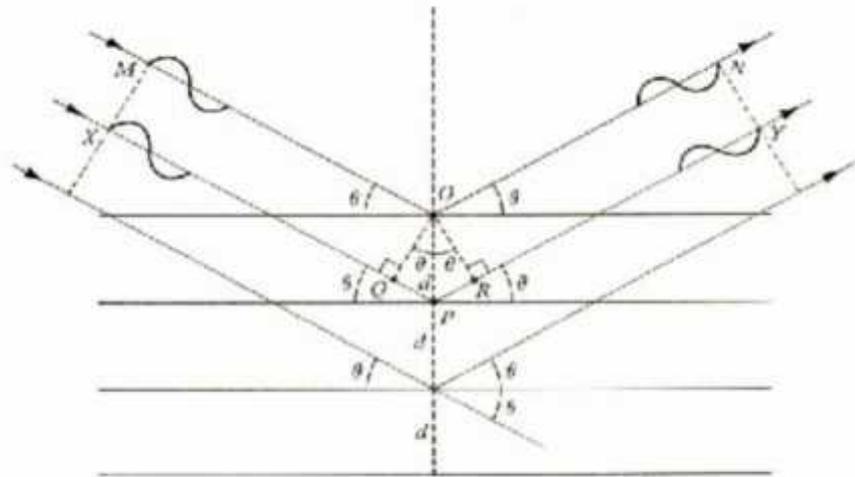
b. Alat pengamatan XRD

Sinar-X ditemukan oleh seorang ilmuwan Willhem Roentgen pada tahun 1895. Sinar-X terjadi jika suatu bahan ditembakkan dengan elektron dengan kecepatan dan tegangan yang tinggi dalam suatu tabung vakum. Semakin cepat elektron yang menabrak sasaran, semakin kuat daya tembus sinar-X yang dihasilkan, kemudian

semakin banyak elektron yang menabrak, semakin besar intensitas sinar-X. Teori elektromagnetik mengatakan bahwa muatan listrik yang mengalami percepatan akan meradiasikan gelombang elektromagnetik (Kusminarto, 2011). Radiasi elektromagnetik memiliki rentang panjang gelombang kurang lebih dari 0,01 nm hingga 10 nm (energi kurang lebih dari 100 eV hingga 100 KeV). Sinar- X dipancarkan dalam transisi antara berbagai tingkat energi terisi yang lebih rendah dari sebuah atom. Elektron-elektron terdapat terikat sedemikian kuatnya sehingga ukuran lebar antara tingkat energi memadai bagi pemancaran foton dalam rentang panjang gelombang sinar-X. Sebaliknya, ikatan elektron-elektron terluar relatif lemah, dan lebar antara tingkat ini hanyalah beberapa elektron volt (Krane, 1992). Cahaya dengan panjang gelombang yang lebih pendek memberikan resolusi yang lebih besar ketika meneliti benda secara mikroskopis (Giancoli, 2001). Sinar-X memiliki panjang gelombang = 0,05 sampai 0,25 nm (0,5-2,5 Å) yang mendekati jarak antar atom kristal. Sinar ini merupakan besaran dalam orde dimensi atomik yang cocok untuk analisis kristal, dimana besarnya tergantung target yang digunakan. Pada umumnya, difraksi sinar-X menggunakan target sebagai sumber radiasi yaitu diantaranya adalah Cu, Co, Cr, Mo dan Fe (Smith, 1990). Prinsip analisis XRD didasarkan pada atom-atom dalam suatu struktur bahan yang didifraksikan pada panjang gelombang tertentu dan pada sudut-sudut ( $2\theta$ ) tertentu. Identifikasi struktur fasa yang ada pada sampel secara umum dilakukan dengan

menggunakan standar melalui data base *Joint Commite on Powder Diffraction Standar*, JCPDS (1969) *International Centre for Diffraction Data*, ICDF (1978). Analisis kualitatif didasarkan pada intensitas dari sampel dibandingkan atau dicocokkan dengan intensitas menggunakan *standard internal* maupun *standard external* (Cullity, 1992). Metode analisis difraksi sinar-X dikenal dengan sebutan *X-Ray Diffraction (XRD)* digunakan untuk mengetahui fasa kristalin meliputi transformasi struktur fasa, ukuran partikel bahan seperti keramik, komposit, polimer dan lain-lain. Secara umum, pola difraksi mengandung informasi tentang simetri susunan atom (*space group*), penentuan struktur bahan kristal atau amorf, orientasi kristal serta pengukuran berbagai sifat bahan yaitu tegangan (*strain*), vibrasi termal dan cacat kristal (Cullity, 1992). Difraksi sinar-X dalam analisis padatan kristalin memegang peranan penting untuk meneliti parameter kisi dan tipe struktur, selain itu dimanfaatkan untuk mempelajari cacat pada kristal individu dengan mendeteksi perbedaan intensitas difraksi di daerah kristal dekat dislokasi dan daerah kristal yang mendekati kesempurnaan (Smallman, 2000). Apabila sinar-X jatuh pada kisi kristal, sinar tersebut akan didifraksikan, artinya sinar yang sefase akan saling menguatkan dan tidak sefase akan saling meniadakan atau melemahkan (Cullity, 1992). Jika seberkas sinar-X dengan panjang gelombang diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut  $\theta$ , maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang atom kristal dan akan menghasilkan puncak difraksi. Difraksi terjadi

bila gerak gelombang mengenai satu set benda yang menghamburkan cahaya dan harus dalam orde besar. Besar sudut difraksi tergantung pada panjang gelombang berkas sinar-X dan jarak  $d$  antara bidang. Difraksi sinar-X dalam suatu kristal dapat diilustrasikan pada Gambar di bawah ini:



Gambar 5 Sinar-X yang dihamburkan oleh atom-atom kristal yang berjarak  $d$  (Robinson *et al*, 2005).

Dari Gambar terlihat bahwa gelombang pertama memiliki panjang yang sama yaitu  $MO + ON$ , begitu pula dengan gelombang kedua yaitu  $XP + PY$ . Gelombang kedua berjalan lebih jauh dari gelombang pertama, dan selisihnya dimisalkan sebagai  $D$ .

Dimana nilai  $D = (XP + PY) - (MO + ON)$

Jika dari titik  $O$  ditarik garis ke

$XP$  dan  $PY$ , diberi tanda  $Q$  dan  $R$ , maka :

$$XQ = MO, RY = ON \quad (2.1)$$

Perbedaan antara dua gelombang tersebut adalah :

$$D = QP + PR \quad (2.2)$$

Diketahui bahwa  $QP$  dan  $PR$  merupakan kelipatan  $l$  (panjang gelombang) dan panjang  $QP$  sama dengan panjang  $PR$  yaitu sebesar  $d \sin \theta$ , sehingga hubungan interferensi dari sinar dengan sudut datang  $\theta$  akan memenuhi persamaan Bragg sebagai berikut :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.3)$$

dengan:  $\lambda$  = panjang gelombang (m)

$d$  = jarak antar kisi (m)

$\theta$  = sudut difraksi

Secara eksperimen, hukum Bragg dapat digunakan dengan dua cara.

(1) Dengan memakai sinar-X yang diketahui panjang gelombang dan (2) mengukur sudut  $\theta$  (teta), maka dapat ditentukan pula jarak  $d$  dari berbagai bidang kristal (Robinson *et al*, 2005).

c. Alat pengamatan SEM-EDX

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan salah satu instrumen yang paling serbaguna untuk pemeriksaan dan analisis morfologi mikro serta karakteristik komposisi kimia. Hal ini diperlukan untuk mengetahui prinsip-prinsip dasar optik cahaya untuk memahami dasar-dasar mikroskop elektron.

Mikroskop optik memiliki batas resolusi  $\sim 2.000 \text{ \AA}$  dengan memperbesar sudut visual melalui lensa optik. Cahaya mikroskop menjadi penting untuk penelitian ilmiah. Sejak penemuan bahwa elektron dapat dibelokkan oleh medan magnet dalam berbagai eksperimen di tahun 1890-an, mikroskop elektron telah dikembangkan dengan mengganti sumber cahaya dengan energi tinggi berkas

elektron (Zhou *et al*, 2007). SEM merupakan suatu mikroskop elektron yang mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dengan energi  $E$  berkisar 2-5 keV hingga 20-40 keV. Sebuah SEM terdiri dari *electron gun* yang menghasilkan berkas elektron, optik elektromagnetik untuk mengarahkan dan memfokuskan berkas elektron, dan detektor mengumpulkan elektron yang berasal dari sampel (baik hamburan langsung atau dipancarkan dari sampel) digunakan untuk mengumpulkan gambar. Energi dari elektron  $E$ , kepadatan massa dari target, dan nomor atom  $Z$  dari sampel menentukan intensitas relatif dari berbagai jenis hamburan elektron.

Kedalaman penetrasi elektron, jarak bebas rata-rata dan kekuatan hamburan yang berbeda (yang juga tergantung pada kedua  $Z$  dan  $E$ ) berperan dalam informasi yang didapat (dalam bentuk gambar). SEM digunakan untuk memeriksa struktur mikro sampel kristal tunggal sementara spektrometri energi dispersif x-ray (EDS) digunakan untuk mengukur komposisi kimia dari sampel (Kazmiruk, 2012).

Gambar yang diperoleh dari SEM tergantung pada akuisisi sinyal yang dihasilkan dari sinar elektron dan interaksi spesimen. Interaksi ini dapat dibagi menjadi dua kategori utama: interaksi elastis dan interaksi inelastis. Hasil hamburan elastis dari defleksi elektron dengan inti atom spesimen atau dengan elektron kulit terluar energi yang sama. Jenis interaksi ditandai dengan kehilangan energi yang diabaikan selama tabrakan dan dengan perubahan arah lebar sudut dari elektron yang tersebar. Elektron yang elastis tersebar melalui sudut

lebih dari  $90^\circ$  disebut *backscattered electron* (BSE), dan menghasilkan sinyal yang berguna untuk pencitraan sampel. Hamburan inelastis terjadi melalui berbagai interaksi antara peristiwa elektron dan elektron dan atom sampel, dan hasil dalam berkas elektron primer mentransfer energi besar untuk atom tersebut. Jumlah kehilangan energi tergantung pada apakah elektron yang keluar tunggal atau kolektif dan pada energi yang mengikat elektron untuk atom. Akibatnya, eksitasi elektron spesimen selama ionisasi atom mengarah ke elektron sekunder (SE), yang secara konvensional didefinisikan memiliki energi kurang dari 50 eV dan dapat digunakan untuk gambar atau menganalisis sampel. Dalam kebanyakan kasus ketika berkas elektron mengenai permukaan spesimen, bukannya memantul segera, elektron energik menembus ke sampel untuk beberapa jarak sebelum elektron menghadapi dan bertabrakan dengan atom spesimen. Dengan demikian, berkas elektron primer menghasilkan apa yang dikenal sebagai wilayah eksitasi primer, dimana berbagai sinyal yang dihasilkan. Ukuran dan bentuk dari zona ini sebagian besar tergantung pada energi berkas elektron dan nomor atom, serta densitas dari spesimen (Zhou *et al*, 2007). energi dispersif x-ray (EDX) digunakan untuk mengukur komposisi kimia dari sampel (Kazmiruk, 2012).

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Metode Pembuatan**

Pembuatan dengan cara mengambil bongkahan batu kapur, kemudian dicuci menggunakan aquades lalu dikeringakan, selanjutnya bongkahan batu kapur dihancurkan menggunakan palu (martil) kemudian digrinding menjadi butiran serbuk, selanjutnya di ayak (mess). Setelah itu serbuk dicampur menggunakan natrium hidrogen fosfat dan aquades kemudian di *ball mill*, di oven lalu di sinter dan di kompaksi, selanjutnya melakukan pengamatan menggunakan: FTIR, XRD, dan pengujian kekerasan dilakukan di BPPT Serpong, SEM, EDX, dilakukan di Universitas Lampung. Hasil dari pengamatan karakterisasi dan pengujian kekerasan akan di tampilkan dalam bentuk tabel, grafik dan gambar.

#### **B. Bahan dan Alat**

1. Bahan
  - a. Batu Kapur pegunungan di Beranti Provinsi Lampung
  - b. Natrium hidrogen fosfat  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  (Merck KgaA Germany)
  - c. Aquades

## 2. Alat

### a. Mesin *Ball Mill*

Mesin *Ball Mill* adalah mesin yang digunakan untuk menghancurkan atau mengubah batu kapur menjadi serbuk dengan cara batu kapur dimasukkan kedalam cap atau wadah bersamaan dengan bola baja dengan diameter 10 mm berjumlah delapan buah lalu di putar. Selain sebagai penghancur dapat digunakan sebagai pencampur serbuk batu kapur, dengan menambahkan pelarut aquades atau etanol kemudian ditambah natrium hidrogen fosfat dengan komposisi serbuk batu kapur 5 gr, Natrium hidrogen fosfat 5,34 gr, ditambah pelarut aquades 10 ml, kemudian di *ball mill* dengan kecepatan ( $v$ ) 300 rpm, dengan variasi waktu ( $t$ ) 2 jam, akan terbentuk pasta yang masih basah sehingga setelah di *ball mill* kemudian dioven. Gambar 5 merupakan mesin *ball mill*.



Gambar 5. Mesin *Ball Mill*

Spesifikasi alat :

Nama Alat	Mesin <i>Ball Mill</i>
Type	PM400 (Retsch)
Daya	1~220-230V
Serial Number	1213130513D

b. Mesin *Mess*

Gambar 6 adalah mesin yang digunakan untuk mengayak serbuk yang telah di *ball mill* menggunakan ukuran mesh 250  $\mu\text{m}$ , dengan menghasilkan ukuran serbuk kurang dari 250  $\mu\text{m}$  ( $< 250 \mu\text{m}$ ) kemudian ditimbang sejumlah 5 gr.



Gambar 6. Mesin *Mess*

Spesifikasi alat :

Nama Alat	Mesin <i>Mess</i> (Pengayak)
Daya	110-120V
Ukuran <i>mess</i>	56 $\mu\text{m}$ , 100 $\mu\text{m}$ , 200 $\mu\text{m}$ , 250 $\mu\text{m}$

c. Mesin Oven

Gambar 7 adalah mesin yang di gunakan untuk proses pengeringan pasta batu kapur yang telah di ball mill, kemudian dioven selama 17 jam, setelah di oven lalu ditimbang seberat 3 gr untuk proses sintering.



Gambar 7. Mesin Oven

Spesifikasi alat :

Nama Alat	<i>Oven</i>
Type	LVO-2030 (Lab Tech)
Voltase	1.5KW/7A
Serial Number	09031107

d. Mesin Sinter (*furnace*)

Gambar 8 adalah mesin *furnace* yang dilakukan pemanasan dibawah suhu atau titik leleh dari material yang dipakai. Proses sintering menggunakan temperatur 600°C, 800°C, 1000°C dengan lama waktu tahan sealama 2, 3 dan 4 jam.



Gambar 8. Mesin Sinter

- d. Pada proses sintering ada 4 (empat) langkah terjadinya ikatan. Langkah pertama, terjadi titik kontak antara serbuk. Tahap berikutnya disebut tahap awal, di mana leher mulai terbentuk antara partikel dan pori-pori yang runtuh. Pada tahap peralihan, leher terus tumbuh dan pori-pori menyusut lebih lanjut, namun masih ada batas butir yang pasti antara partikel serbuk asli. Pada tahap akhir, batas-batas ini hilang dan partikel menjadi tubuh yang homogen.

e. Mesin Kompaksi

Metode kompaksi yang dipakai yaitu *Cold compressing* yang berarti penekanan dengan temperatur kamar. Metode ini dipakai apabila bahan yang digunakan mudah teroksidasi. Kompaksi dilakukan dengan waktu tahan 5 menit serta dilakukan pada suhu ruang. Gambar 9 merupakan alat kompaksi atau alat penekan.



Gambar 9. Mesin Kompaksi

Spesifikasi alat :

Nama Alat	Mesin Press
Type	DA/MS/100/RGI
Kapasitas	100 Ton
System	Hidrolik
Serial Number	1016

d. XRD (*X-Ray Diffractometer*)

Gambar 10 adalah alat pengujian untuk melihat struktur mikro kristal dengan menggunakan sinar X sehingga didapat ukuran dari partikel dan senyawa yang terkandung dengan cara menentukan parameter struktur kisi setiap unsur dan senyawa yang memiliki pola difraksi tertentu. XRD mendifraksi cahaya melalui celah kristal pada difraktogram melalui sudut yang telah ada pada sistem XRD. Pengujian XRD dilakukan pada serbuk setelah hasil sintering sebanyak sampel yang diujikan.



Gambar 10. Mesin XRD

Spesifikasi alat :

Nama Alat	Mesin XRD (PANalytical)
Type	9430 060 03002
Daya	230 V

e. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Gambar 11 adalah alat yang digunakan untuk mengetahui gugus dari fungsi senyawa penyusun material. FTIR adalah setiap material terdiri dari bahan-bahan kimia baik senyawa, atom, maupun polimer. Sifat-sifat penyusun bahan adalah sifat fisika dan sifat kimia. Sifat kimia dibawa oleh gugus fungsi dari senyawa penyusun bahan. FTIR dapat mendeteksi energi yang diserap oleh setiap gugus fungsi untuk bergetar, sumber sinar dihasilkan dari pemanasan sumber radiasi tempat sampel interferometer, detektor dan komputer.



Gambar 11. Mesin FTIR

Spesifikasi alat :

Nama Alat	Mesin <i>FTIR</i> (Thermo Firsher)
Daya	12V
Type	ICE/EN 60825-1:2007
Model	Nicolet iS50

f. SEM (*Scanning Elektron Microscopy*)

Gambar 12 adalah alat yang digunakan untuk melihat batas butir dari sampel yang telah disinter, pada ukuran nano dan mikro serta dapat diperbesar dengan SEM EVO® MA 10 memiliki perbesaran 10 – 3000000x, *depth of field* 4 – 0.4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. sehingga struktur mikro dapat terlihat jelas pada monitor.



Gambar 12. Scanning Electron Microscope (SEM-EDX) ZEISS EVO® MA 10

Spesifikasi alat :

Nama Alat	SEM-EDX Zeiss Evo ® MA 10
Resolusi	1.9 nm, 2 nm, 3nm @30 kV SE with HD, LaB <sub>6</sub> , W 3nm, 3,4 nm @ 30 kV SE VP mode HD, W 10nm, 15 nm @ 30 kV 1 nA with HD, LaB <sub>6</sub> 5 nm, 8 nm @ 3kV SE with HD, LaB <sub>6</sub> or W 8 nm, 15 nm, 20 nm @ 1kV SE with HD, LaB <sub>6</sub> , W 6 nm @3 kV with beam deceleration
Voltage	0,2 to 30 kV
Magnification	< 7 – 1.000.000x

i. Uji Kekerasan

Gambar 13 alat uji kekekaratan digunakan untuk mengetahui kekekasan hasil produk berupa tablet dengan diameter 10 mm, sekala mikro hardnes vikers.



Gambar 13. Alat uji Kekerasan

Spesifikasi alat :

Nama Alat	Mesin Uji kekerasan (Struers)
Daya	100-200V ; 50-60Hz
Type	DuraScan 10
Model	Struers DK-2750

**C. Waktu dan Tempat**

Waktu yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah lima bulan, dimulai dari bulan Agustus 2017 sampai dengan bulan Desember 2017. Pelaksanaan penelitian ini akan dilaksanakan di BPPT Serpong, Tangerang Selatan dan Laboratorium Universitas Lampung.

#### D. Rencana jadwal penelitian

Proses penelitian dilakukan sejak tanggal 10 Agustus 2017 sampai Desember 2017. Penelitian dilakukan di laboratorium biomassa dan laboratorium BPPT (Badan Pusat Penelitian dan Teknologi) Serpong. berikut terlampir tabel 4 rencana penelitian tesis di bawah ini.

Tabel 4. Tabel rencana penelitian

No	Kegiatan	2017						2018														
		Agustus	September	Oktober	November	Desember	Januari															
1.	Studi literatur	■	■	■	■	■	■															
2.	Penyiapan bahan		■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■							
3.	Seminar proposal					■	■	■	■	■	■	■	■	■	■							
4.	Penelitian					■	■	■	■	■	■	■	■	■	■							
5.	Penyusunan Bab 4										■	■	■	■	■							
6.	Penyusunan Bab 5														■	■	■	■	■	■	■	■
7.	Seminar hasil																				■	■

#### E. Proses Pembuatan

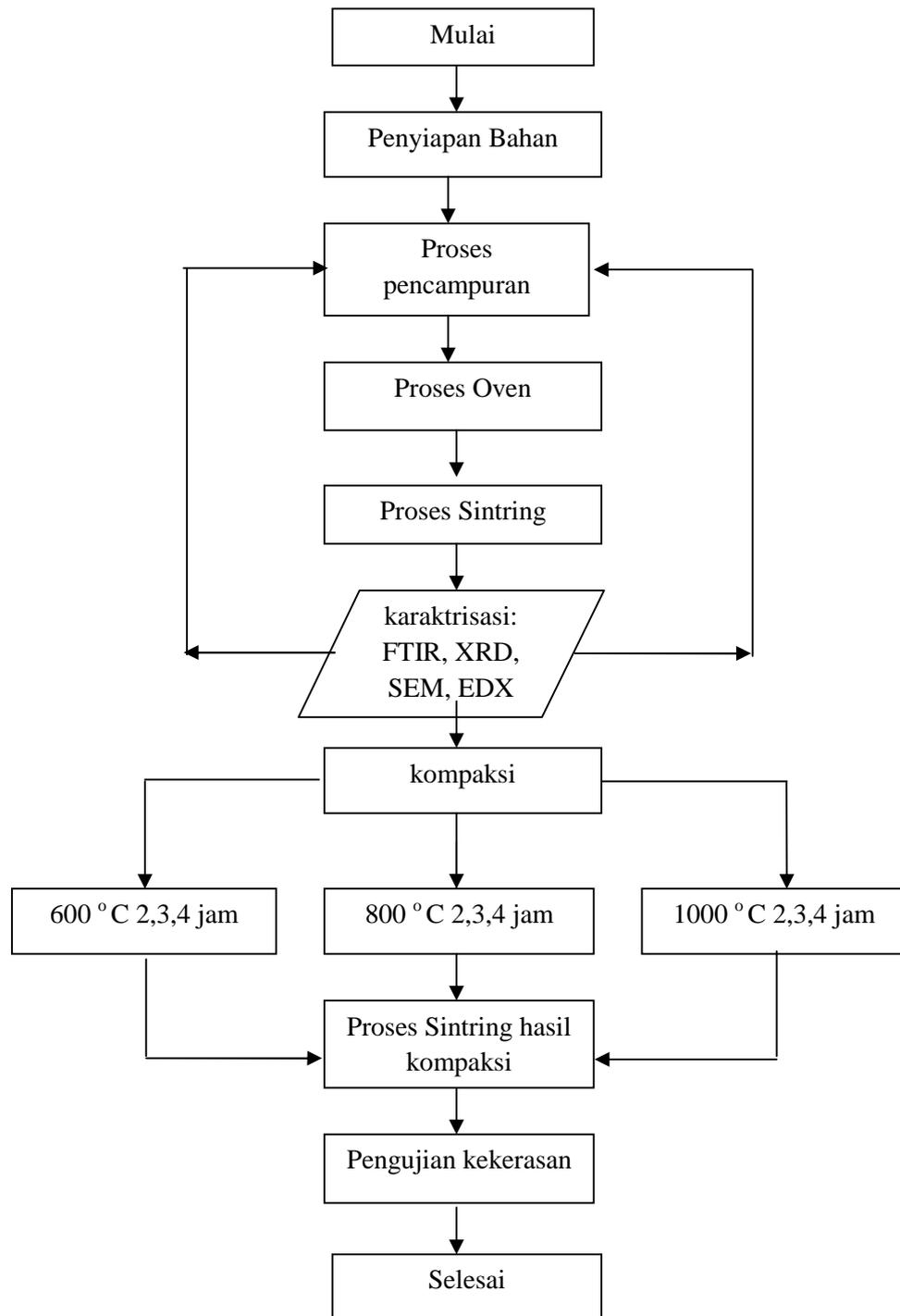
Proses pembuatan dalam penelitian ini dimulai dengan kajian literatur kemudian dilanjutkan dengan pengambilan bongkahan batu kapur yang diikuti dengan pencucian batu kapur dengan aquades dan kemudian batu kapur dikeringkan. Proses selanjutnya memecahkan batu kapur dengan martil sehingga menjadi kerikil, kemudian baru masuk dalam proses grinding selama 12 menit dengan pembagian waktu 5 menit berputar 2 menit berhenti dan 5 menit berputar kembali sehingga menghasilkan serbuk atau *powder*. Setelah batu kapur menjadi serbuk dilakukan proses pengayakan dengan menggunakan mesin *mess* dengan ukuran 250  $\mu\text{m}$  selama 5 menit.

Setelah proses pengayakan dilakukan proses pencampuran atau *kalsinasi* dengan menggunakan mesin *ball mill* dengan komposisi serbuk batu kapur atau *powder* 5 gram , natrium hidrogen fosfat seberat 5,34 gram serta di campur aquades 10 ml, kemudian parameter kecepatan yang digunakan dalam proses *ball mill* adalah 300 (rpm) dengan waktu 2 jam, 3 jam, dan 4 jam. Setelah proses *ball mill* kemudian dilanjutkan dengan proses pengeringan dengan menggunakan *oven* dengan suhu 80°C selama 17 jam selanjutnya dilakukan proses sinter dengan parameter suhu 600°C selama 2 jam, 800°C selama 3 jam, dan 1000°C waktu 4 jam. Setelah itu dilakukan pengamatan FTIR ( *Fourier Transform Infra red*) yang dilakukan di Pusat Teknologi Material BPPT, kemudian XRD ( *X-Ray Diffractometer*) dilakukan di BATAN (Badan Tenaga Nuklir Nasional) kemudian pengamatan SEM (Scanning Electron Microscopy) dan EDX ( *Energi Dispersive X-ray*) dilakukan di Laboraturium Biomassa Universitas Lampung.

Setelah dilakukan pengamatan dengan FTIR, XRD, SEM dan EDX tahap selanjutnya yaitu proses penekanan atau kompaksi dengan daya tekan 5 MPa selama 5 menit untuk masing-masing temperatur sintering 600°C, 800°C dan 1000°C dengan waktu 2 jam, 3 jam, 4 jam. Selanjutnya hasil dari proses kompaksi di sintering kembali dengan parameter sintering yang sudah ada. Setelah itu dilakukan proses uji kekerasan mikro hardnes dengan menggunakan standar ASTM C1327 sebanyak 5 titik.

## F. Diagram penelitian

Gambar 14 merupakan alur proses penelitian yang direncanakan.



Gambar 14. Diagram penelitian.

### G. Pengambilan Data

Pengolahan data dalam bentuk Tabel 5 untuk mempermudah proses hidrotermal.

Tabel 5. Data untuk pengujian

Media	Miling	Sinter			Kode
	v (rpm)	t (jam)	T ( $^{\circ}$ C)	t (jam)	
AQUADES	300	2	600	2,3,4	W1
		3	800	2,3,4	W2
		4	1000	2,3,4	W3

Setelah mendapatkan hasil, data akan ditampilkan dalam bentuk tabel dan gambar.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. KESIMPULAN**

1. Dalam penelitian ini batu kapur lokal di Provinsi Lampung mengandung kandungan kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) sebesar 97,43 %.
2. Pola FTIR produk yang dihasilkan pada studi ini memiliki kemiripan dengan produk komersial, pada proses sintering dengan temperatur  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam.
3. Unsur serbuk HA yang di sinter pada temperatur  $600^\circ\text{C}$  dengan waktu 2 jam, menunjukkan hasil produk HA lokal memiliki kemiripan dengan produk impor pada pola XRD sudut  $2\theta$  sebesar  $32,26^\circ$ .
4. Karakterisasi SEM-EDX menunjukkan morfologi yang menyerupai jaringan tulang, dimana untuk produk dengan parameter sintering  $1000^\circ\text{C}$  selama 4 jam memiliki jaringan mikrostruktur didapat lebih homogen. Nilai rasio Ca/P 1,4 didapat pola hidroksiapatit pada temperatur  $1000^\circ\text{C}$  selama 4 jam.
5. kekerasan vikers yang paling tinggi terdapat pada hidroksiapatit yang disinter pada temperatur  $1000^\circ\text{C}$  selama 4 jam.

**B. SARAN**

1. Parameter proses saat pencucian dapat dipelajari untuk lebih lanjut terhadap potensi peningkatan kualitas produk hidroksiapatit.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Adzila, S. Ramesh, S. Sopyan, I. Tan, C.Y. Hamdi, M. Teng, W.D. 2013. Mechanochemical Synthesis of Magnesium Doped Hydroxiapatite Powder Characterization. *Applied Mechanics And Materials Vol. 372*. Pp 62-65.
2. Akbar, I.A. 2014. Pra Rancangan Pubrik Hydroxyapatite Dari Kalsium Karbonat Dan Asam Fosfat Kapasitas 10.000 Ton/Tahun. (Skripsi) Universitas Gajah Mada. Yogyakarta. Pp 2.
3. Arrafiqie, F.M. Yelmida, A. Zultiniar. 2016. Sintesis Hidroksiapatit dari limbah kulit Kerang Lokan (*Geloina expansa*) dengan metode Hydrothermal. *Jom FTEKNIK Volume 3*. Pp 4.
4. Asrizal, A.R. 2014. Closed Fracture 1/3 Middle Femure Dextra. *Medula Vol.2 Nomor 3*. Pp 95.
5. Bampoh, K.N.V. 2012. Syntesis and Structural Studies Of Calsium and Magnesium Phosphinate and Phosphonate Compounds. (Dissertation ). Syracuse University. USA. Pp 1.
6. Denkana, et al. 2013. Biocompatible Magnesium Alloys as Degradable Implant Material – Machining Induced Surface and Subsurface Properties and Implant Performance. *Spesial Issue on Magnesium Alloys*. Pp. 109-128
7. Efendi, D.M. 2004. Analisa Kimia dan Identifikasi Mutu Batu Kapur Tuban Berdasarkan Syarat Umum Batu Kapur. Research Gate. 19 June 2016. <http://www.researchgate.net/publication/304115174>. Diakses pada 20 Agustus 2017.
8. Farhani, A.N. 2014. Kombinasi Teknik Top Down dan Bottom up dalam pembuatan nanokristalin hidroksiapatit dari batu gamping. (Tesis) Institut Pertanian Bogor. Jawa Barat. Pp 1.

9. Herdianto, N. 2011. Studi Bioresorbabilitas Biokeramik Bhipasic Calcium Phosphate ( BCP) Sebagai Material Pengganti Tulang. (Tesis) Universitas Indonesia. Jawa Barat. Pp 5.
10. Jamarun, N. Elfiana, S. Arief, S. Djaman, A. Mufitra. 2016. Hydroxiapatite Material : Synthesis By Using Precipitation Method From Limestone. *Der Pharma Chemica*. 8 (13). Pp 302-306.
11. Kamalanathan, Ramesh, S. Bang, T.L. Niakan, A. Tan, Y.C. Purbolaksono, J. Chandran, H. Teng, D.W. 2014. Synthesis and sintering of hydroxyapatite derived from eggshells as a calcium precursor. Elsevier. S. Ramesh (ed). Jul 2014, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.07.074>. Diakses 23 Agustus 2017.
12. Kazmiruk, V. 2012. *Scanning Electron Microscopy*. Rijeka. Croatia. Pp 1 – 48.
13. Kosachan, N. Jaroenworuluck, A. Jiemsiriler, S. Jinawath, S. Steven, R. 2015. Hydroxiapatite Nanoparticles Formd Under a Wet Mechanochemical, Method. *Society For Biomaterial*. DOI: 10.1002. Pp 1.
14. Mahanani, S.E. 2013. Perancah Hidogel untuk Aplikasi Rekayasa Jaringan Tulang. *IDJ Vol.2 No 2*. Pp 53.
15. Margaretha, H.A.M. Fuad, A. Ilmiawati, A.S. Wonoraharjo, S. 2015. Sintesa Hydroxyapatite ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) Berbasis Batu Kapur. *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA) Vol 5 No 1*. Pp 16
16. Mulyaningsih, N.N. 2007. Karakterisasi Hidroksiapatit Sintetik dan Alami Pada Suhu  $1400^\circ\text{C}$ . (Skripsi). Institut Pertanian Bogor. Jawa Barat. Pp 1.
17. Noviyanti. Jasarudin. Sujiono, H.E. 2015. Karakterisasi Kalsium Karbonat ( $\text{Ca}(\text{CO}_3)$ ) Dari Batu Kapur Kelurahan Tellu Limpoe Kecamatan Suppa. *Jurnal Sains Dan Pendidikan Fisika Jilid 11 Nomor 2*. Pp 169.
18. Prabaningtyas, S.M. 2015. Karakterisasi Hidroksiapatit dari Kalsit (PT. Dwi Selo Giri Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintesis Menggunakan X-RAY Diffractometer (XRD) Dan Fourier Transform Infra Red (FTIR). (Skripsi) Universitas Jember. Jawa Timur. Pp 8-10.

19. Putri, D.E. Prasetya, F. Azkiyah, I.N. Rosiana, A. Wardhani, S. 2015. Sintesis Hidroksiapatit Berbahan Dasar Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Dengan Metode Basah Pengendapan. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*. ISBN: 978-602-0951-05-8. Pp 110.
20. Sedyono, J. Tantowi, E.A. 2008. Studi Kualitas Diamonium Hidrogen Fosfat Dalam Fabrikasi dan Karakterisasi XRD Hidroksiapatit Dari Gypsum Alam Dari Gypsum Alam Kulon Progo. *Research Gate*. 11 September 2015. <http://www.researchgate.net/publication/281650038>. Diakses 1 September 2017.
21. Sihombing, I. Wangko, S. Kalangi, J.R.S. 2012. Peran estrogen pada remodeling tulang. *Jurnal Biomedik volume 4 Nomor 3 Suplemen*. Pp 18-28.
22. Ulfa, Ulil. 2016. Preparasi dan Karakterisasi Limbah Biomaterial Cangkang Kerang Hijau (*Perna Viridis*) Dari Pantai Labuhan Maringgai Sebagai Bahan Dasar Biokeramik. (Skripsi) MIPA UNILA. Lampung. Pp 27.
23. Wahyuni, Ika. Rojul, B, A. Nasocha, Erlin. 2014. Uji Kekerasan Dengan Metode Rockwell. Unair admin. [http://web.unair.ac.id/admin/file/f\\_41124\\_UjiKekerasanMaterialdenganMetodeRockwell.pdf](http://web.unair.ac.id/admin/file/f_41124_UjiKekerasanMaterialdenganMetodeRockwell.pdf). Diakses tanggal 28 Januari 2018.