

**PENGARUH *MILLING TIME* TERHADAP
SIFAT FISIK DAN MEKANIK HIDROKSIAPATIT BERBASIS
BATU KAPUR**

(Skripsi)

Oleh :

Lilik Setiadi



**FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

ABSTRACT

EFFECT OF MILLING TIME ON PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF HYDROXIAPATITE BASED LIMESTONE

By

Lilik Setiadi
1015021041

Bone in the human body plays a very important role because it is a skeleton that form members in the human body and is a component that supports human activities daily. Therefore it will disrupt the activity in case of damage to this hard network due to accident. Some ways such as replacing it with an artificial bone or support with implants that occur heal bone cells. Hydroxyapatite is an indispensable material and is specifically synthesized for use as an implant in the human body.

Hydroxyapatite (HA) is a crystalline molecule essentially composed of phosphor and calcium with a molar mass ratio of 1.67 to the $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ molecule formula. HA can be synthesized using several sources such as mammal bone, shell, chalk. The purpose of this research is to know the physical and mechanical properties of hydroxyapatite based limestone. This study used limestone as a source of calcium (Ca) and Natrium Hydrogen Phosphate (Na_2HPO_4) as a source of phosphor (P) with a milling speed of 300 rpm and milling time within 2 hours, 3 hours and 4 hours.

The best results of the physical properties of X-Ray Diffraction (XRD) testing at 4 hours milling time with 32.27° with intensity of 2.77, Fourier Transform Infrared (FTIR) at 4 hours milling time as found phosphate ions in ribbon form at peak $564,64 \text{ cm}^{-1}$ and $599,59 \text{ cm}^{-1}$. Testing the mechanical properties of microhardness test with the best value at 4 hours milling time of 13.42 HV approaching from the bone structure.

Keywords: *Hydroxyapatite, Limestone, Milling Time, X-ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared (FTIR), microhardness.*

ABSTRAK

PENGARUH *MILLING TIME* TERHADAP SIFAT FISIK DAN MEKANIK HIDROKSIAPATIT BERBASIS BATU KAPUR

Oleh

LilikSetiadi
1015021041

Tulang pada tubuh manusia memegang peranan yang sangat penting karena merupakan rangka yang member bentuk pada tubuh manusia dan merupakan komponen yang menunjang aktivitas manusia sehari-hari. Oleh karena itu akan mengganggu aktivitas jika terjadi kerusakan pada jaringan keras ini akibat kecelakaan. Beberapa cara seperti menggantinya dengan tulang buatan atau menopangnya dengan implan sehingga terjadi pemulihan sel-sel tulang. Hidroksiapatit merupakan material yang diproses dan disintesis secara khusus untuk digunakan sebagai implan di dalam tubuh manusia.

Hidroksiapatit (HA) adalah sebuah molekul kristalin yang intinya tersusun dari fosfor dan kalsium dengan perbandingan massa molar 1,67 dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. HA dapat disintesis dengan menggunakan beberapa sumber seperti tulang mamalia, kulit kerang, dan batu kapur. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui sifat fisik dan mekanik hidroksiapatit berbasis batu kapur. Penelitian ini menggunakan batu kapur sebagai sumber kalsium (Ca) dan Natrium Hidrogen Fosfat (Na_2HPO_4) sebagai sumber fosfor (P) dengan kecepatan *milling* 300 rpm dalam waktu 2 jam, 3 jam dan 4 jam.

Hasil terbaik sifat fisik dari pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) pada *milling time* 4 jam sebesar $32,27^\circ$ dengan intensitas 2,77, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) pada *milling time* 4 jam karena ditemukan ion fosfat dalam bentuk pita belah pada puncak $564,64 \text{ cm}^{-1}$ dan $599,59 \text{ cm}^{-1}$. Pengujian sifat mekanik yaitu pengujian *microhardness* dengan nilai terbaik pada *milling time* 4 jam sebesar 13,42 HV yang mendekati nilai kekerasan dari struktur tulang.

Kata kunci: Hidroksiapatit, batu kapur, *milling time*, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *microhardness*.

**PENGARUH *MILLING TIME* TERHADAP
SIFAT FISIK DAN MEKANIK HIDROKSIAPATIT BERBASIS
BATU KAPUR**

Oleh

Lilik Setiadi

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar
SARJANA TEKNIK

Pada
Jurusan Teknik Mesin
Fakultas Teknik Universitas Lampung



**FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2018**

Judul Skripsi : **PENGARUH MILLING TIME TERHADAP SIFAT FISIK DAN MEKANIK HIDROKSIAPATIT BERBASIS BATU KAPUR**

Nama Mahasiswa : *Lilik Setiadi*

Nomor Pokok Mahasiswa : 1015021041

Jurusan : Teknik Mesin

Fakultas : Teknik

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I

Pembimbing II



Dr. Irza Sukmana, S.T., M.T.
NIP. 19700812 200112 1 001

Dr. Eng. Shirley Savetlana, S.T., M.Met.
NIP. 19740202 199910 2 001

2. Ketua Jurusan Teknik Mesin

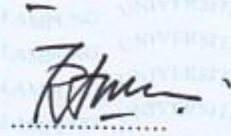


Ahmad Su'udi, S.T., M.T.
NIP 19740816 200012 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji


Ketua : **Dr. Irza Sukmana, S.T., M.T.**



Sekretaris : **Dr. Eng. Shirley Savetlana, S.T., M.Met.**

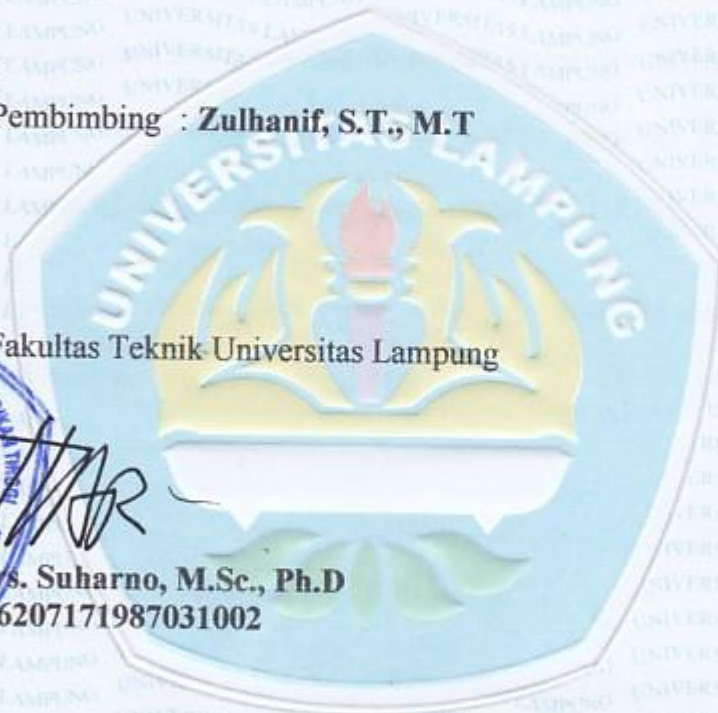


Penguji
Bukan Pembimbing : **Zulhanif, S.T., M.T**



Dekan Fakultas Teknik Universitas Lampung

Prof. Drs. Suharno, M.Sc., Ph.D
NIP. 196207171987031002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **29 Desember 2017**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan oleh orang lain, dan sepanjang sepengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri dan bukan hasil plagiat sebagaimana diatur dalam pasal 27 peraturan akademik Universitas Lampung dengan surat keputusan rektor No.3187/H26/DT/2010.

Apabila pernyataan saya ini tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Januari 2018




Lilik Setiadi
1015021041

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Margorejo pada tanggal 13 Maret 1992, sebagai anak kedua dari empat bersaudara dari pasangan Mahalin dan Rosalia Nilawati. Penulis memulai pendidikan formalnya dari SD Negeri 3 Margodadi dan lulus pada tahun 2004, selanjutnya di SMP Negeri 1 Ambarawa dan diselesaikannya pada tahun 2007, dan SMA Negeri 1 Ambarawa yang diselesaikannya pada tahun 2010. Selanjutnya penulis terdaftar menjadi mahasiswa Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Lampung pada tahun 2010 melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Pengalaman lapangan penulis diantaranya melakukan Kerja Praktik di pabrik kelapa sawit PT. Garuda Bumi Perkasa Lampung pada tahun 2013 dengan mengambil studi kasus mengenai **“Perhitungan Ulang Kapasitas Angkut Bucket Elevator Single Chain di Pabrik Kelapa Sawit PT. Garuda Bumi Perkasa Mesuji Lampung”**. Kemudian penulis melakukan penelitian Tugas Akhir dan dapat menyelesaikan pendidikan sarjananya pada tanggal 29 Desember 2017 dengan skripsi yang berjudul **“Pengaruh Milling Time Terhadap Sifat Fisik Dan Mekanik Hidroksiapatit Berbasis Batu Kapur”**.



PERSEMBAHAN

Dengan mengucapkan syukur Alhamdulillah dan segala usaha untuk mencapai impian kupersembahkan karya kecilku ini untuk:

Orang tuaku, Bapak Mahalin dan Ibu Rosalia Nilawati

Sembah dan baktiku haturkan atas jerih payah dan kasih sayang yang telah mendidik, membekali dan memperjuangkan sampai akhir perjuangan studi ku.

Kakakku, yang selalu membimbing

Adik - adikku, yang selalu kusayang

Sahabat serta keluarga besarku Teknik Mesin 2010 yang selalu memberikan warna selama kuliah

Almamaterku Tercinta

"UNIVERSITAS LAMPUNG"



MOTTO



"Belajar adalah proses untuk memanusiakan manusia"

"Yesterday is History, tomorrow is a mystery, but today is a miracle"
-Master Cogway-



SANWACANA

Segala puji syukur kehadiran Allah SWT. Atas nikmat kesehatan dan kesempatan yang diberikan kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian tugas akhir ini. Sholawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai suriteladan bagi umat manusia. Sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan judul “**Pengaruh *Milling Time* Terhadap Sifat Fisik Dan Mekanik Hidroksiapatit Berbasis Batu Kapur**” merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Lampung.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua penulis (Ibu dan Bapak) serta kakak dan adikku yang telah memberikan banyak pengorbanan, doa, kasih sayang, motivasi, semangat, harapan, materil dan spiritual, sehingga penulis dapat merasa aman dan nyaman selama menjalani pendidikan dan menyelesaikan skripsi di Universitas Lampung.
2. Bapak **Prof. Dr. Suharno, M.Sc.** selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Lampung.
3. Bapak **Ahmad Su’udi, S.T., M.T.** selaku Ketua Jurusan Teknik Mesin Univeristas Lampung.

4. Bapak **Dr. Irza Sukmana, S.T., M.T.** selaku Pembimbing Utama Tugas Akhir atas kesediaan dan keikhlasannya untuk memberikan dukungan, bimbingan, saran, dan kritik dalam proses penyelesaian skripsi ini.
5. Ibu **Dr. Shirley Savetlana, S.T., M.Met.** selaku Pembimbing Pendamping atas kesediaan dan keikhlasannya untuk memberikan bimbingan, motivasi dan saran untuk penyelesaian skripsi ini.
6. Bapak **Zulhanif, S.T., M.T.** selaku dosen Pembahas yang telah memberikan masukan dalam penulisan laporan ini.
7. Ibu **Novri Tanti, S.T., M.T.** selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan banyak masukan dan motivasi dalam kegiatan akademik.
8. Seluruh Dosen Pengajar Jurusan Teknik Mesin yang banyak memberikan ilmu selama penulis melaksanakan studi, baik berupa materi perkuliahan maupun tauladan dan motivasi sehingga dapat kami jadikan bekal untuk terjun ke tengah-tengah masyarakat.
9. Rekan-rekan **Teknik Mesin angkatan 2010**, terkhususkan kepada **Hendy Ngaku Hensom, Riski Marinir, Robertus Diancur Widiamoko, Mario Mbul Salimor, Nanjar Leonardo, Singgih Pikolo** dan **Dian Silent Attack** yang telah membantu dan memberi semangat dalam penyelesaian masa studi penulis.
10. **Ahmad Surtisno, Riski AC, Pius Anggit, Hanif Mustofa, Adikur, Eko Ndong, Binter Ceban, Suci Ipeh, Taradem, Hastin Butel, Jeki Kurniawan** dan **Nuridin** terima kasih atas motivasi dan kebersamaannya.
11. Semua pihak yang tidak mungkin penulis sebutkan namanya satu per satu, yang telah ikut serta membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Semoga kebaikan, kemurahan hati dan bantuan yang telah diberikan semua pihak mendapat balasan yang setimpal dari Allah SWT dan semoga hari-hari kita selalu indah dan menjadi lebih baik lagi.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak lepas dari kesalahan dan jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu saran dan kritik yang membangun penulis harapkan demi perbaikan dimasa yang akan datang. Akhirnya, semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat bagi kita semua.

Bandar Lampung, Januari 2018
Penulis,

Lilik Setiadi

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRACT	i
ABSTRAK	ii
COVER DALAM	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN PENGESAHAN	v
HALAMAN PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
HALAMAN MOTTO	ix
SANWACANA	x
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR GAMBAR	xvii
I. PENDAHULUAN	
1.1.Latar Belakang	1
1.2.Tujuan Penelitian.....	4
1.3.Batasan Masalah.....	4
1.4. Sistematika Penulisan.....	5

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Hidroksiapatit	7
2.1.1. Sifat – Sifat Hidroksiapatit.....	7
2.1.2. Aplikasi Hidroksiapatit	12
2.2. Tulang	14
2.3. Batu Kapur	16
2.4. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	17
2.5. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	18
2.6. Pengujian Mekanik (Pengujian Kekerasan)	19
2.6.1. Metode Gores	20
2.6.2. Metode Elastik/Pantul (<i>Rebound</i>).....	21
2.6.3. Metode Indentasi	21

III. METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Penelitian	27
3.2. Bahan yang Digunakan.....	27
3.3. Alat yang Digunakan.....	29
3.4. Prosedur Penelitian.....	33
3.4.1. Survei Lapangan dan Studi Pustaka.....	33
3.4.2. Persiapan Bahan	34
3.4.3. Pembuatan Hidroksiapatit.....	34
3.4.4. Pengujian dan Pengolahan Data	35
3.5. Alur Proses Penelitian	39

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Karakterisasi Hidroksiapatit	40
4.1.1. Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	40
4.1.2. Karakterisasi <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	42
4.2. Pengujian Mekanik	45

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan.....	47
5.2. Saran.....	48

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Skala kekerasan Rockwell dan huruf awalannya.....	24
Tabel 3.1. Tabel Penelitian Pembuatan Hidroksiapatit.....	35
Tabel 4.1. Posisi Puncak data XRD dari ketiga sampel.....	41
Tabel 4.2. Data hasil pengujian FTIR menunjukkan jenis ion yang dimiliki hidroksiapatit batu kapur	43
Tabel 4.3. Nilai kekerasan sampel	45

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur Kristal Heksagonal Hidroksiapatit	8
Gambar 2.2. Struktur Kristal Monoklin Hidroksiapatit	9
Gambar 2.3. Mode fenomena antarmuka antara HA dengan sel tubuh	13
Gambar 2.4. Bagian – bagian tulang	15
Gambar 2.5. Struktur kristal CaCO_3	16
Gambar 2.6. Cara Kerja FTIR	18
Gambar 2.7. Skema Cara Kerja XRD	19
Gambar 2.8. Skematis prinsip indentasi dengan metode <i>Brinell</i>	22
Gambar 2.9. Skema dari uji Vickers	26
Gambar 3.1. Serbuk Batu Kapur	28
Gambar 3.2. Aquades	28
Gambar 3.3. Na_2HPO_4	29
Gambar 3.4. Mesin <i>Ball Mill</i>	30
Gambar 3.5. Mesin Pengayak Serbuk	30
Gambar 3.6. Oven Laboratorium	31
Gambar 3.7. <i>Furnace</i>	32
Gambar 3.8. Gelas Ukur	32
Gambar 3.9. <i>Beaker Glass</i>	33
Gambar 3.10. <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	36

Gambar 3.11. <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	37
Gambar 3.12. Mesin Uji <i>Microhardness</i>	38
Gambar 3.13. Diagram Alur Proses Penelitian	39
Gambar 4.1. (a) Grafik hasil karakterisasi XRD sampel W1,	40
(b) sampel W2, (c) sampel W3	41
Gambar 4.2. (a) Pola FTIR sampel W1, (b) sampel W2,	42
(c) sampel W3	43
Gambar 4.3. Grafik nilai rata – rata uji <i>microhardness</i>	46

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Tulang pada tubuh manusia memegang peranan yang sangat penting karena merupakan rangka yang memberi bentuk pada tubuh manusia itu sendiri dan merupakan komponen yang menunjang aktivitas dan mobilitas manusia sehari – hari. Tulang juga merupakan *reservoir* untuk kalsium di dalam tubuh yang erat hubungannya dengan sistem pembekuan darah. Oleh karena itu akan mengganggu aktivitas dan mobilitas jika terjadi kerusakan pada jaringan keras ini akibat kecelakaan.

Beberapa cara seperti menggantinya dengan tulang buatan atau menompangnya dengan implan sehingga terjadi pemulihan sel – sel tulang. Tulang buatan harus memiliki komposisi kimia yang mirip dengan tulang manusia sedangkan untuk implan maka harus memiliki sifat yang menyebabkannya dapat diterima oleh tubuh manusia. Hidroksiapatit merupakan material yang diproses dan disintesis secara khusus untuk digunakan sebagai implan di dalam tubuh manusia.

Hidroksiapatit (HA) adalah sebuah molekul kristalin yang intinya tersusun dari fosfor dan kalsium dengan perbandingan massa molar 1,67 dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit telah secara luas dipergunakan untuk memperbaiki, mengisi, menambahkan dan merekonstruksi ulang jaringan tulang yang telah rusak. Faktor yang menjadi pertimbangan dalam menggunakan hidroksiapatit sebagai material implan adalah karena sifatnya yang biokompatibel sehingga dapat diterima tubuh. HA dapat disintesis dengan menggunakan beberapa sumber seperti tulang mamalia, kulit kerang, cangkang telur dan batu kapur.

Batu kapur (gamping) merupakan salah satu bahan galian industri non logam yang sangat besar potensinya dan tersebar hampir di seluruh wilayah Indonesia. Batu kapur dapat terjadi dengan beberapa cara, yaitu secara organik, secara mekanik, atau secara kimia. Sebagian besar batu kapur yang terdapat di alam terjadi secara organik, jenis ini berasal dari pengendapan cangkang/rumah kerang dan siput, foraminifera atau ganggang, atau berasal dari kerangka binatang koral/kerang.

Potensi batu kapur/gamping di Indonesia hampir menyeluruh di seluruh wilayah Indonesia. Data secara umum jumlah batu kapur di Indonesia diperkirakan lebih dari 28 milyar ton. Dari sekian banyak lokasi di Indonesia, tidak banyak yang sudah dimanfaatkan.

Di Provinsi Lampung, pemanfaatan batu kapur pada umumnya hanya digunakan sebagai salah satu bahan bangunan. Batu kapur yang banyak mengandung kalsium dalam bentuk CaCO_3 (Kalsium Karbonat) dapat

dimanfaatkan lebih jauh untuk sumber daya manusia yaitu dengan dijadikan hidroksiapatit.

Penelitian terdahulu telah dilakukan oleh Adzila *et al.* (2012) mengenai sintesis *mechanochemical* dari bubuk nano hidroksiapatit mengenai pengaruh kecepatan rotasi dan waktu penggilingan terhadap sifat bubuk. Penelitian tersebut menggunakan kalsium hidroksida $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sebagai sumber kalsium dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ sebagai sumber fosfor dengan metode *mechanochemical dry milling*. Variasi kecepatan putaran menggunakan 3 sampel yaitu 170 rpm (M1), 270 rpm (M2), 370 rpm (M3) dengan waktu 15 jam, dan untuk variasi waktu diambil dari sampel (M3) yang divariasikan waktunya 30 jam (T1) dan 60 jam (T2). Dari hasil pengujian yang dilakukan didapat nilai terbaik pada sampel M3 dengan ukuran kristal (9 – 21 nm) dan kristalinitas (21 – 59 %), pendistribusian partikel (322 – 192 nm) yang ditunjukkan dengan kecepatan putaran.

Safanti (2015) dalam penelitiannya karakterisasi hidroksiapatit dari kalsit (PT. Dwi Selo Mas Sidoarjo) sebagai *bone graft* sintetis menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*. Penelitian ini menggunakan kalsit sebagai sumber Ca pada pembuatan hidroksiapatit. Pengujian dilakukan dengan pengujian XRD dan FTIR yang kemudian di bandingkan dengan hidroksiapatit 200 Jepang. Hasil dari pengujian XRD dan FTIR secara kualitatif hidroksiapatit sintesis kalsit identik dengan hidroksiapatit 200 Jepang dengan hasil pengujian XRD yang memiliki puncak utama dengan intensitas tinggi pada nilai 2 theta sebesar $25,879^\circ$,

31,7380 °, 32,8953 °, dan 34,048 °, dan dari hasil pengujian FTIR menunjukkan adanya ion fosfat pada 1065,5 cm⁻¹, 603 cm⁻¹, dan 562 cm⁻¹ dalam bentuk belah yang menunjukkan bahwa penelitian ini telah berhasil mensintesis hidroksiapatit dari kalsit.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, dijelaskan bahwa lama waktu *milling* dapat mempengaruhi sifat fisik hidroksiapatit. Maka dari itu peneliti ingin melakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh *milling time* terhadap sifat fisik dan mekanik hidroksiapatit berbasis batu kapur.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh *milling time* terhadap sifat fisik dan sifat mekanik bubuk hidroksiapatit berbasis batu kapur.

1.3 Batasan Masalah

Permasalahan yang dibahas dalam penelitian ini dibatasi dalam beberapa hal sebagai berikut:

1. Material yang digunakan adalah batu kapur dari gunung Beranti, Lampung.
2. Sumber kalsium dalam pembuatan hidroksiapatit adalah batu kapur dan sumber fosfor adalah Natrium Hidrogen Fosfat (Na₂HPO₄).

3. Karakterisasi serbuk hidroksiapatit dengan uji *X-Ray Diffraction* (XRD),
Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).
4. Pengujian mekanik dilakukan dengan pengujian *microhardness*.

1.4 Sistematika Penulisan

Adapun sistematika penulisan yang digunakan oleh penulis dalam penyelesaian tugas akhir ini adalah sebagai berikut :

BAB I : PENDAHULUAN

BAB I berisi tentang latar belakang, tujuan, batasan masalah, dan sistematika penulisan dari penelitian ini.

BAB II : TINJAUAN PUSTAKA

BAB II berisi tentang hidroksiapatit, tulang, batu kapur, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan Pengujian Mekanik (Pengujian Kekerasan).

BAB III : METODE PENELITIAN

BAB III berisi tentang tempat penelitian, bahan yang digunakan, alat yang digunakan, prosedur penelitian dan alur proses penelitian.

BAB IV : HASIL DAN PEMBAHASAN

BAB IV berisi hasil karakterisasi hidroksiapatit dan pengujian mekanik.

BAB V : SIMPULAN DAN SARAN

BAB V berisi simpulan dan saran.

DAFTAR PUSTAKA**LAMPIRAN**

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hidroksiapatit

Hidroksiapatit (HA) adalah sebuah molekul kristalin yang intinya tersusun dari fosfor dan kalsium dengan perbandingan massa molar 1,67 dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Molekul ini banyak terdapat di dalam tulang dan juga terdapat pada struktur gigi manusia.

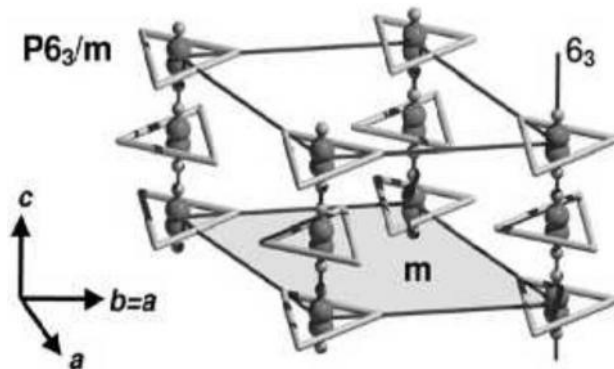
Hidroksiapatit digunakan di dalam dunia medis karena memiliki kemiripan dengan komposisi tulang dan memiliki sifat yang dapat beradaptasi dengan baik pada jaringan keras dalam tulang, dapat membangun kembali jaringan tulang yang sudah rusak dan juga di dalam jaringan lunak meskipun memiliki laju degradasi yang rendah, sifat osteokonduktifitas yang tinggi, bersifat tidak beracun, non inflamasi dan imunogenik.

2.1.1 Sifat – sifat Hidroksiapatit

Sifat fisika dan biokimia dari hidroksiapatit sama dengan yang dimiliki oleh tulang dan gigi. Selain itu, struktur molekul hidroksiapatit juga sama dengan struktur molekul tulang dan gigi.

a. Struktur Kristal

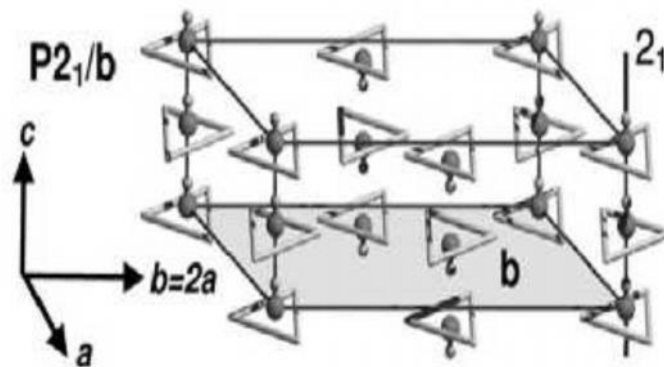
Struktur kristal senyawa hidroksiapatit dapat dibedakan menjadi dua jenis yaitu monoklin dan heksagonal. Umumnya kristal hidroksiapatit yang dibuat dengan cara sintesis memiliki struktur kristal heksagonal. Struktur hidroksiapatit heksagonal memiliki jarak simetri antar gugus $P6_3/m$ dengan parameter kisi $a = b = 9.432 \text{ \AA}$, $c = 6.881 \text{ \AA}$ dan $\alpha = 120^\circ$. Struktur kristal ini tersusun atas gugus PO_4 tetrahedral yang diikat oleh ion – ion Ca. Ion – ion Ca berada pada dua posisi berbeda yakni posisi kolom sejajar (Ca1) dan posisi segitiga sama sisi (Ca2) yang berada pada pusat sumbu putar. Susunan OH membentuk kolom dan berada pada sumbu putar, juga membentuk susunan demikian dengan OH yang terdekat. Struktur kristal heksagonal hidroksiapatit ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur Kristal Heksagonal Hidroksiapatit
(Corno *et al.*, 2006)

Struktur kristal monoklin hidroksiapatit akan terbentuk apabila dalam keadaan stoikiometrik. Struktur kristal monoklin merupakan struktur yang paling teratur dan stabil secara termodinamika

walaupun jika ditempatkan dalam suhu ruangan. Struktur kristal monoklin hidroksiapatit ditemukan pertama kali dari proses perubahan kristal tunggal klorapatit menjadi kristal tunggal hidroksiapatit dengan memaparkannya pada uap air bersuhu 1200°C . Struktur kristal monoklin hidroksiapatit memiliki jarak simetri antar gugus $P2_1/b$ dan parameter kisi $a = 9.421 \text{ \AA}$, $b = 2a$, $c = 6,881 \text{ \AA}$ dan $\beta = 120^{\circ}$. Struktur kristal monoklin hidroksiapatit ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur Kristal Monoklin Hidroksiapatit
(Corno *et al.*, 2006)

Struktur kristal monoklin hidroksiapatit terbentuk disebabkan karena susunan OH^- membentuk urutan $\text{OH}^-\text{OH}^-\text{OH}^-\text{OH}^-$ yang menyebabkan parameter kisi b menjadi 2 kali a . Namun struktur heksagonal juga dapat terbentuk pada kondisi stoikiometrik apabila susunan OH^- tidak teratur (Corno *et al.*, 2006).

b. Sifat Fisika

Sifat fisika dari hidroksiapatit telah banyak dipelajari, diantaranya adalah penelitian yang dilakukan oleh Narasaraju (1996) mengatakan bahwa sifat fisika hidroksiapatit yang melalui proses dekomposisi termal memiliki kristalinitas yang baik, sedangkan hidroksiapatit melalui proses alkalin hidrotermal dan proses air subkritis menghasilkan hidroksiapatit berbentuk nano partikel. Adanya perbedaan sifat fisika dari hidroksiapatit pada penelitian tersebut disebabkan karena adanya perbedaan variasi struktural, yaitu pengaruh porositas mikro yang tersisa, ukuran butir serta adanya pengotor. Selain itu, sifat fisika dari beberapa hidroksiapatit yang diteliti dipengaruhi oleh proses pembuatan dan distribusi kekuatannya. Rasio molar Ca/P juga berpengaruh pada struktur hidroksiapatit yang disintesis. Semakin besar rasio molar Ca/P maka kekuatan meningkat dan mencapai nilai maksimum.

c. Sifat Mekanik

Terdapat banyak variasi pada sifat mekanik dari HA yang disintesis. Penelitian yang dilakukan oleh Jarcho *et al.* (1976) mengatakan bahwa spesimen HA polikristalin padat yang mereka peroleh memiliki rata – rata kekuatan tekan dan tarik masing – masing adalah 917 MPa dan 196 MPa. Kato *et al.* (1979) menjelaskan kekuatan tekan 3000kg/cm^2 (294 MPa), kekuatan tekuk 1500 kg/cm^2 (147 MPa), dan kekerasan Vickers 350 kg/cm^2 (3.43 Gpa). Sedangkan Suchanek *et al.*(1998) menjelaskan bahwa HA padat

memiliki kekuatan tekuk 38-250 MPa, kekuatan tekan 120-900 MPa, dan kekuatan tarik 38-300 MPa. Adanya perbedaan tersebut disebabkan karena variasi struktural (seperti: pengaruh porositas mikro yang tersisa, ukuran butir, adanya pengotor, dll) dan juga proses pembuatan serta distribusi kekuatan. Rasio molar Ca/P juga berpengaruh kepada kekuatan dari HA yang disintesis. Semakin besar rasio molar Ca/P maka kekuatan semakin meningkat dan mencapai nilai maksimum disekitar rasio Ca/P ~ 1.67 (HA stoikiometrik) dan tiba – tiba turun ketika rasio Ca/P > 1.67 .

d. Sifat Kimia

Senyawa hidroksiapatit memiliki sifat kimia biokompatibel, bioaktif, osteokonduktif yang tinggi dan atau osteoinduktif yang tidak beracun, tidak menyebabkan peradangan, sehingga banyak digunakan di dunia medis (Elliott *et al.*, 1994). Biokompatibel adalah sifat dimana material tidak menyebabkan reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh. Bioaktif adalah sifat material akan sedikit larut tetapi membantu pembentukan lapisan permukaan apatit biologis sebelum langsung berantarmuka dengan jaringan pada skala atomik yang mengakibatkan ikatan kimia langsung ke tulang. Bioresorabel adalah sifat material akan larut sepanjang waktu tanpa memperhatikan mekanisme yang menyebabkan perpindahan material dan mengijinkan jaringan yang baru tumbuh pada sembarang permukaan tidak beraturan namun tidak harus berantarmuka langsung dengan permukaan material. Akibatnya fungsi dari material

bioresorabel adalah berperan dalam pembentukan dan reabsorpsi yang terjadi dalam jaringan tulang yang memungkinkan material digunakan sebagai pengisi tulang yang menyebabkan materi berinfiltrasi dan bersubstitusi ke dalam jaringan.

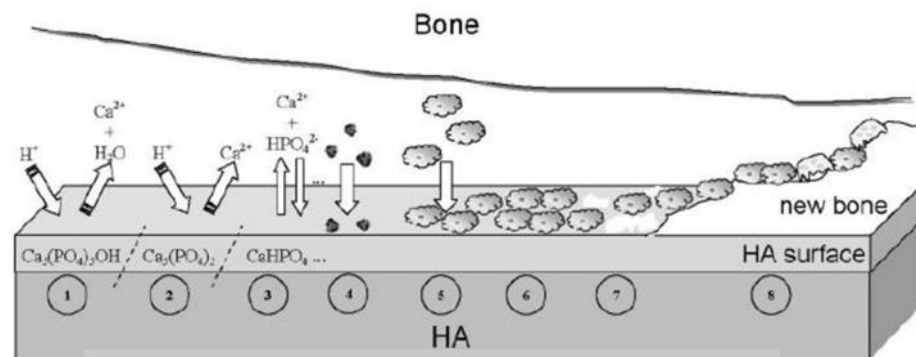
2.1.2 Aplikasi Hidroksiapatit

Hidroksiapatit banyak diaplikasikan dalam dunia medis karena sifatnya yang sangat mirip dengan komponen pada organ – organ tertentu dari tubuh manusia seperti tulang dan gigi. Akan tetapi, dikarenakan kekuatan mekanik yang kurang baik dalam menahan beban maka aplikasinya terbatas pada implan yang tidak sepenuhnya menahan beban (*non-load-bearing-implant*), seperti implan untuk telinga bagian tengah, pengisi tulang yang rusak pada operasi ortopedik, serta pelapis (*coating*) pada implan untuk dental dan *prosthesis* logam.

Teknik pelapisan (*coating*) HA pertama kali dipergunakan untuk implan *dental* dan logam (*stainless steel*, *Co-Cr alloys*, *Ti alloys*, dan *Ta*) untuk *plate* pada patah tulang. Selanjutnya, implan ortopedik diciptakan dengan mencelupkan (*dipping*) material di dalam sebuah larutan bubuk (*slurry*) HA dan dibakar pada temperatur tinggi, dan juga dengan *plasma spraying*.

Ketika hidroksiapatit dipergunakan sebagai pelapis implan maka akan terjadi antarmuka dengan sel – sel tubuh di sekitarnya. Proses antarmuka ini sangat penting karena berhubungan dengan

biokompabilitas dari implan tersebut. Implan yang biokompatibel akan dianggap bagian dari sistem di dalam tubuh dan bukan sebagai benda asing yang masuk ke dalam tubuh layaknya kuman. Pelapis hidroksiapatit tidak hanya menjadikan implan yang dilapisinya tersebut biokompatibel dengan tubuh tetapi juga membantu proses perkembangan sel – sel tulang disekitarnya, seperti yang digambarkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Mode fenomena antarmuka antara HA dengan sel tubuh (Bertazzo *et al.*, 2010)

Gambar 2.3. menunjukkan tahapan – tahapan dari reaksi antarmuka setelah implan HA dimasukkan kedalam tubuh manusia. Berikut tahapan – tahapan tersebut:

1. Awal proses implan, mulai terjadinya pelarutan permukaan HA.
2. Pelarutan permukaan HA terus berlanjut.
3. Kondisi equilibrium terbentuk antara larutan fisiologis dengan permukaan HA yang telah termodifikasi.
4. Adsorpsi protein – protein dan/atau senyawa bio-organik lainnya.
5. Adhesi sel.
6. Perkembangan sel.

7. Awal mula perkembangan sel tulang baru.
8. Tulang baru telah terbentuk.

Fenomena tersebut merupakan sifat dari HA yang juga bioaktif. Bioaktif diartikan sebagai sifat material yang akan terlarut sedikit demi sedikit tetapi membantu pembentukan suatu lapisan permukaan apatit biologis sebelum berantarmuka langsung dengan jaringan pada tingkat atomik, yang menghasilkan ikatan kimia yang baik antara implan dengan tulang. Implan dengan sifat ini memiliki sifat mekanik yang baik.

2.2 Tulang

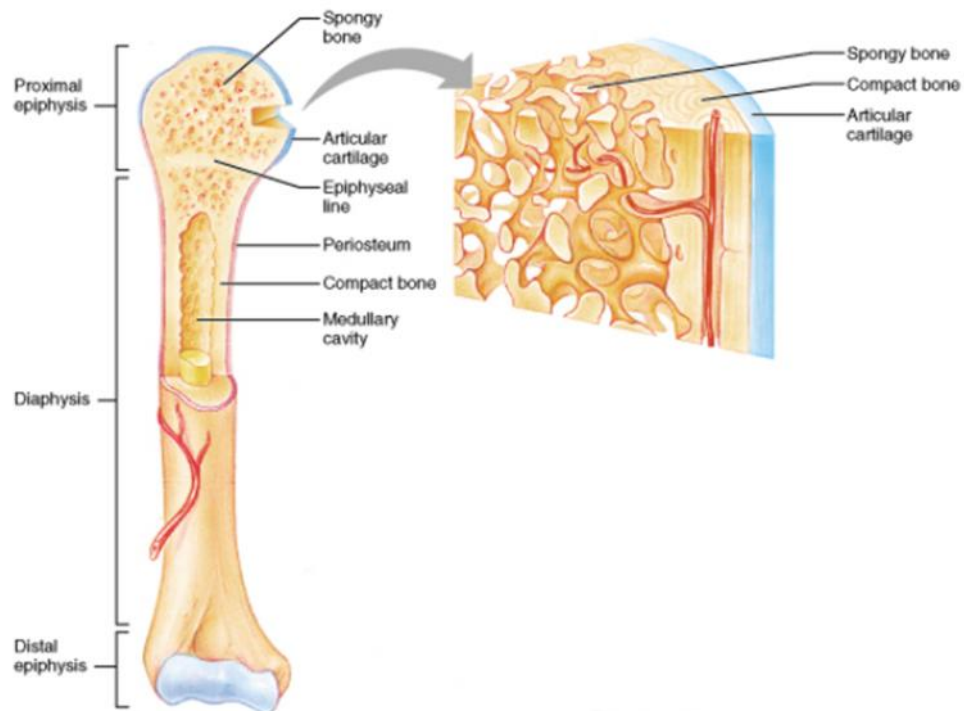
Tulang adalah jaringan yang hidup dan sebagai jaringan penghubung (*connective tissue*) yang mempunyai tiga fungsi sebagai berikut:

1. Fungsi mekanik yaitu untuk gerakan dan melekatnya otot.
2. Melindungi organ vital.
3. Sebagai cadangan kalsium dan fosfat.

Tulang terdiri dari 22% matrik organik dimana 90 – 96% nya adalah kolagen, 69% mineral dan 9% air. Mineral tulang terdiri dari submikroskopik kristal apatit kalsium dan fosfat, menyerupai hidroksiapatit dengan struktur kristal $(Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$. Ion mineral lainnya adalah $(C_6H_5O_7^{-4})$, karbonat (CO_3^{-2}) , flouride (F) dan ion hidroksil (OH) (Park, 2007).

Tulang panjang seperti femur terdiri dari tulang *cancellous* (*spongy*) dan tulang kompak (Park, 2007). Tulang kompak adalah jaringan yang tersusun

rapat dan terutama ditemukan sebagai lapisan diatas jaringan tulang *spongius* (Sloane, 2003). Tulang *spongius* terdiri dari tulang trabekula yang mengelilingi sum – sum tulang. Tulang *spongius* sebagian besar terdapat pada epifisis tulang panjang dan di bagian dalam tulang vertebra, sedangkan tulang kortikal menyusun sebagian besar diafisis tulang panjang (Park, 2007). Bagian – bagian tulang dapat dilihat pada Gambar 2.4.



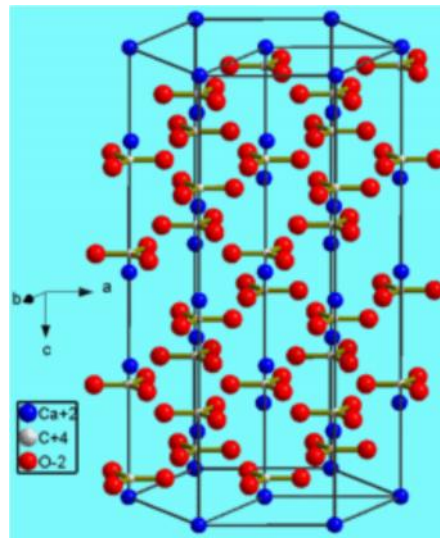
Gambar 2.4. Bagian – bagian tulang(Park, 2007)

Tulang kompak dan *spongius* memiliki komposisi yang sama namun porositasnya berbeda (Sloane, 2003). Pada tulang femur, porositas tulang kortikal berkisar antara 5% - 30%, sedangkan tulang *spongius* porositasnya sebesar $\pm 70\%$ (Keaveny, 2004). Tulang kortikal memiliki nilai *compressive strength* sebesar 138 – 170 MPa, sedangkan tulang *spongius* memiliki nilai *compressive strength* sebesar 7,5 – 41 MPa. Jumlah tulang kompak dan

spongious relatif bervariasi bergantung pada jenis tulang dan bagian yang berbeda dari tulang yang sama (Ylinen, 2006).

2.3 Batu Kapur

Batu kapur (gamping) merupakan salah satu bahan galian industri non logam yang sangat besar potensinya dan tersebar hampir di seluruh wilayah Indonesia. Batu kapur dapat terjadi dengan beberapa cara, yaitu secara organik, secara mekanik, atau secara kimia. Sebagian besar batu kapur yang terdapat di alam terjadi secara organik, jenis ini berasal dari pengendapan cangkang/rumah kerang dan siput, foraminifera atau ganggang, atau berasal dari kerangka binatang koral/kerang. Batu kapur dapat berwarna putih susu, abu-abu muda, abu-abu tua, coklat bahkan hitam, tergantung keberadaan mineral pengotornya (Salaindkk, 2009). Batu kapur secara kimia terdiri dari kalsium (Ca^{2+}) dan karbonat (CO_3).



Gambar 2.5. Struktur kristal CaCO_3
(Salaindkk, 2009)

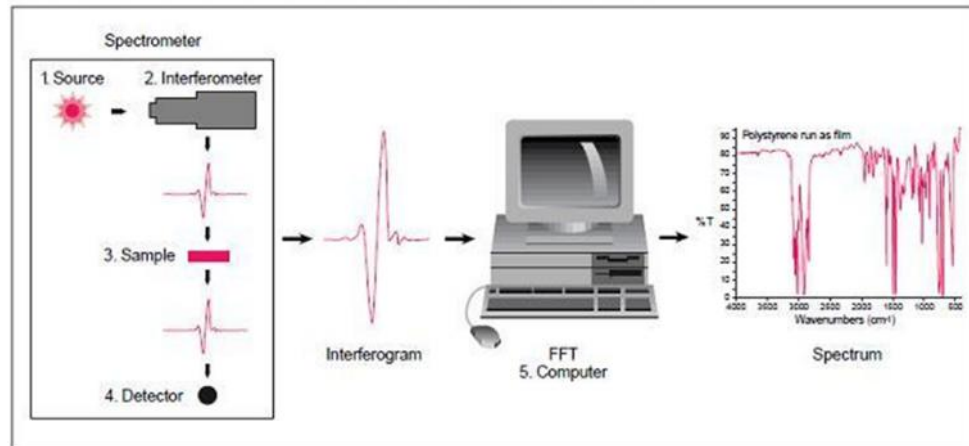
Batu gamping merupakan salah satu mineral industri yang digunakan oleh sektor industri dan pertanian, bangunan, penstabil jalan raya, pengapuran, pertanian, bahan keramik, industri kaca, pembuatan karbit, untuk peleburan dan pemurnian baja, untuk bahan pemutih dalam industri kertas pulp dan karet dan juga industri semen.

2.4 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Fourier Transform Infra Red (FTIR) merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa penyusun material. Dasar lahirnya spektroskopi FTIR adalah setiap material terdiri dari bahan – bahan kimia baik senyawa atom maupun polimer. Setiap material membawa sifat khas dari senyawa – senyawa yang menyusunnya. Sifat – sifat penyusun bahan adalah sifat fisika dan sifat kimia. Salah satu sifat kimia dibawa oleh gugus fungsi dari senyawa penyusun bahan. Masing – masing gugus fungsi dari senyawa mempunyai energi untuk bergetar. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* dapat mendeteksi energi yang diserap oleh tiap gugus fungsi untuk bergetar. Senyawa yang terkandung dalam bahan dapat ditentukan dari jumlah energi yang diserap (frekuensi) (Road, 2001).

Komponen FTIR terdiri dari lima bagian pokok yaitu sumber sinar, interferometer, tempat sampel, detektor dan komputer. Sumber sinar dihasilkan dari pemanasan suatu sumber radiasi dengan listrik sampai suhu antara 1500°K dan 2000°K. Sinar akan masuk ke interferometer dan terjadi proses *spectral encoding* yang menghasilkan sinyal interferogram. Sinyal yang keluar dari interferometer akan diserap sampel, kemudian sinar akan

masuk ke detektor untuk pengukuran akhir sinyal interferogram. Sinyal interferogram yang diukur kemudian dikirim ke komputer dimana proses *fourier transform* berlangsung. Spektrum inframerah terakhir ini kemudian disajikan kepada pengguna untuk interpretasi dan manipulasi lebih lanjut (Road, 2001).

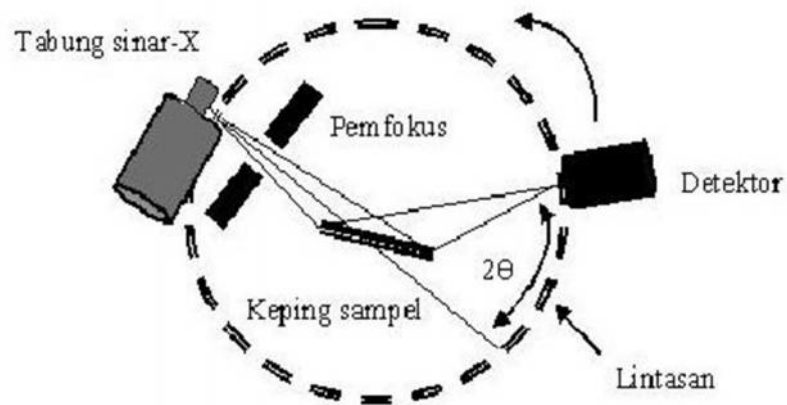


Gambar 2.6. Cara Kerja FTIR (Road, 2001)

2.5 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) menggunakan prinsip difraksi untuk mengetahui struktur kristal, fasa dan derajat kristalinitas, parameter kisi, kualitas suatu bahan, serta dapat mengetahui jenis unsur dan senyawa yang terkandung dalam mineral secara kualitatif. Prinsip kerja XRD yaitu ketika sinar-x ditembakkan pada material akan terjadi interaksi antara elektron dalam atom. Beberapa foton hasil tumbukkan akan mengalami pembelokan dari arah datang awal ketika foton sinar-x bertumbukkan dengan elektron (Menik, 2010).

Difraksi sinar-x oleh atom – atom yang tersusun di dalam kristal akan menghasilkan pola yang berbeda tergantung pada konfigurasi atom – atom pembentuk kristal dan akan diperoleh informasi berupa posisi puncak pada sudut 2θ dari 10° hingga 80° . Pengaturan sudut goniometer atau pendeteksi intensitas sinar pada XRD akan menghasilkan grafik hubungan antara sudut 2θ dan intensitas sinar-x. Grafik hasil XRD kemudian akan secara otomatis dicocokkan dengan grafik difraksi senyawa standarnya yang dimiliki *database Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)* (Menik, 2010).



Gambar 2.7. Skema Cara Kerja XRD (Menik, 2010)

2.6 Pengujian Mekanik (Pengujian Kekerasan)

Kekerasan suatu material dapat didefinisikan sebagai ketahanan material tersebut terhadap gaya penekanan dari material lain yang lebih keras. Penekanan tersebut dapat berupa mekanisme penggoresan (*scratching*), pantulan ataupun indentasi dari material keras terhadap suatu permukaan benda uji (Yuwono, 2009).

Berdasarkan mekanisme penekanan tersebut, dikenal 3 metode uji kekerasan:

2.6.1 Metode gores

Metode ini tidak banyak lagi digunakan dalam dunia metalurgi dan material lanjut, tetapi masih sering dipakai dalam dunia mineralogi. Metode ini dikenalkan oleh Friedrich Mohs yang membagi kekerasan material di dunia ini berdasarkan skala (yang kemudian dikenal sebagai skala Mohs). Skala ini bervariasi dari nilai 1 untuk kekerasan yang paling rendah, sebagaimana dimiliki oleh material talk, hingga skala 10 sebagai nilai kekerasan tertinggi, sebagaimana dimiliki oleh intan. Dalam skala Mohs urutan nilai kekerasan material di dunia ini diwakili oleh:

- | | |
|--------------------|----------------------------|
| 1. <i>Talc</i> | 6. <i>Orthoclase</i> |
| 2. <i>Gypsum</i> | 7. <i>Quartz</i> |
| 3. <i>Calcite</i> | 8. <i>Topaz</i> |
| 4. <i>Fluorite</i> | 9. <i>Corundum</i> |
| 5. <i>Apatite</i> | 10. <i>Diamond</i> (intan) |

Prinsip pengujian: bila suatu mineral mampu digores oleh *Orthoclase* (no. 6) tetapi tidak mampu digores oleh *Apatite* (no. 5), maka kekerasan mineral tersebut berada antara 5 dan 6. Berdasarkan hal ini, jelas terlihat bahwa metode ini memiliki kekurangan utama berupa ketidakakuratan nilai kekerasan suatu material. Bila kekerasan mineral-mineral diuji dengan metode lain, ditemukan bahwa nilai-nilainya berkisar antara 1-9 saja, sedangkan nilai 9-10 memiliki rentang yang besar.

2.6.2 Metode elastik/pantul (*rebound*)

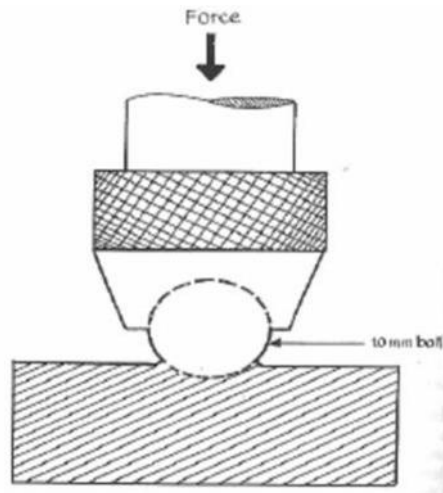
Dengan metode ini, kekerasan suatu material ditentukan oleh alat *Scleroscope* yang mengukur tinggi pantulan suatu pemukul (*hammer*) dengan berat tertentu yang dijatuhkan dari suatu ketinggian terhadap permukaan benda uji. Tinggi pantulan (*rebound*) yang dihasilkan mewakili kekerasan benda uji. Semakin tinggi pantulan tersebut, yang ditunjukkan oleh dial pada alat pengukur, maka kekerasan benda uji dinilai semakin tinggi.

2.6.3 Metode indentasi

Pengujian dengan metode ini dilakukan dengan penekanan benda uji dengan indenter dengan gaya tekan dan waktu indentasi yang ditentukan. Kekerasan suatu material ditentukan oleh dalam ataupun luas area indentasi yang dihasilkan (tergantung jenis indenter dan jenis pengujian). Berdasarkan prinsip bekerjanya metode uji kekerasan dengan cara indentasi dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

1. Metode *Brinell*

Metode ini diperkenalkan pertama kali oleh J.A. Brinell pada tahun 1900. Pengujian kekerasan dilakukan dengan memakai bola baja yang diperkeras (*hardened steel ball*) dengan beban dan waktu indentasi tertentu, sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Skematis prinsip indentasi dengan metode *Brinell* (Yuwono, 2009).

Pengukuran nilai kekerasan suatu material diberikan oleh rumus:

$$BHN = \frac{2P}{(\pi D)(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \dots\dots\dots (2.1)$$

Dimana P adalah beban (kg), D diameter indenter (mm) dan d diameter jejak (mm).

2. Metode *Rockwell*

Pengujian *rockwell* mirip dengan pengujian *brinell*, yakni angka kekerasan yang diperoleh merupakan fungsi derajat indentasi. Beban dan indenter yang digunakan bervariasi tergantung pada kondisi pengujian. Berbeda dengan pengujian *brinell*, indenter dan beban yang digunakan lebih kecil sehingga menghasilkan indentasi yang lebih kecil dan lebih halus. Banyak digunakan di industri karena prosedurnya lebih cepat.

Indentor atau “penetrator” dapat berupa bola baja atau kerucut intan dengan ujung yang agak membulat (biasa disebut “*brale*”). Diameter bola baja umumnya 1/16 inchi, tetapi terdapat juga indentor dengan diameter lebih besar, yaitu 1/8, 1/4, atau 1/2 inchi untuk bahan-bahan yang lunak. Pengujian dilakukan dengan terlebih dahulu memberikan beban minor 10 kg, dan kemudian beban mayor diaplikasikan. Beban mayor biasanya 60 atau 100 kg untuk indentor bola baja dan 150 kg untuk indentor *brale*. Meskipun demikian, dapat digunakan beban dan indentor sesuai kondisi pengujian.

Karena pada pengujian *rockwell*, angka kekerasan yang ditunjukkan merupakan kombinasi antara beban dan indentor yang dipakai, maka perlu diberikan awalan huruf pada angka kekerasan yang menunjukkan kombinasi beban dan penumbuk tertentu untuk skala beban yang digunakan.

Dial pada mesin terdiri atas warna merah dan hitam yang didesain untuk mengakomodir pengujian skala B dan C yang sering kali dipakai. Skala kekerasan B digunakan untuk pengujian dengan kekerasan medium seperti baja karbon rendah dan baja karbon medium dalam kondisi telah dianil (dilunakkan). Range kekerasannya dari 0–100. Bila indentor bola baja dipakai untuk menguji bahan yang kekerasannya melebihi B 100, indentor dapat terdefomasi dan berubah bentuk. Selain itu, karena bentuknya, bola baja tidak sesensitif *brale* untuk membedakan kekerasan bahan-

bahan yang keras. Tetapi jika indenter bola baja dipakai untuk menguji bahan yang lebih lunak dari B 0, dapat mengakibatkan pemegang indenter mengenai benda uji, sehingga hasil pengujian tidak benar dan pemegang indenter dapat rusak.

Tabel 2.1. Skala kekerasan Rockwell dan huruf awalnya

Scale	Major Load Kg	Type Of Indenter	Typical Materilas Tested
A	60	Diamond cone	Extremely hard materials, tungstem carbides, etc.
B	100	1/4" ball	Medium hard materials, low and medium-carbon steels, brass, bronze, etc.
C	150	Diamond cone	Hardened steels, hardened and tempered alloys.
D	100	Diamond cone	Case-hardened steel
E	100	1/8" ball	Cast orin, aluminium and magnesium alloys
F	60	1/16" ball	Annealed brass and copper
G	150	1/16" ball	Beryllium copper, phosphor, bronze, etc
H	60	1/8" ball	Aluminium sheet
K	150	1/8" ball	Cast iron, aluminium alloys
L	60	1/4" ball	Plastic and soft metals such as lead
M	100	1/4" ball	Same as L scale
P	150	1/4" ball	Same as L scale
R	60	1/2" ball	Same as L scale
S	100	1/2" ball	Same as L scale
V	150	1/2" ball	Same as L scale

3. Metode *Vickers*

Uji kekerasan (*Vickers Test*) telah dibangun di Inggris sejak tahun 1925 dan secara umum dikenal sebagai *Diamond Pyramid Hardness* (DPH). Uji *Vickers* memiliki dua range gaya beban yang berbeda yakni mikro (10g-1000g) dan makro (1kg-100kg). Uji *Vickers* ini digunakan untuk uji kekerasan mikro yaitu daerah kecil dari spesimen dan uji bahan getas.

Uji kekerasan (*Vickers Test*) menggunakan sebuah *square-based pyramid diamond indenter* (piramid intan) dengan sudut 136^0 yang mendapatkan tekanan pada bagian permukaan dari bagian yang diuji menggunakan gaya (F) yang telah ditentukan. Waktu untuk penggunaan gaya awal adalah 2 – 8 detik dan gaya untuk pengujian dilakukan selama 10-15 detik. Setelah gaya dilepaskan, panjang diagonal dari lekukan diukur dan dihitung rata-ratanya secara aritmatik, luas daerah hasil jejak dari uji ini adalah d . Hasil tes berupa lekukan dapat diperiksa dengan mikroskop. Nomor kekerasan *Vickers* diberikan dengan persamaan :

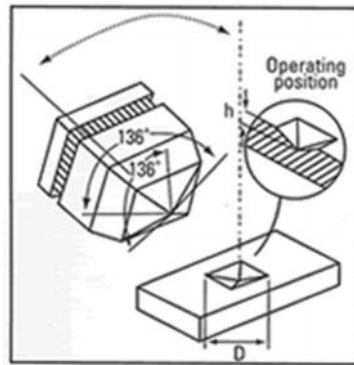
$$VHN = \frac{1.854P}{d^2} \dots\dots\dots (2.2)$$

Dimana :

VHN : *Vckers Hardness Number (HV)*

P : Beban yang diterapkan (gf)

d : Diagonal rata-rata bidang piramida hasil jejak indenter (μm)



Gambar 2.9. Skema dari uji Vickers
(Robiatuh, 2009)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

- a. Penggilingan dan penyaringan serbuk batu kapur dilaksanakan di Laboratorium Biomassa, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
- b. Proses kompaksi dilaksanakan di Laboratorium Proses Produksi Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Lampung.
- c. Pengujian sifat fisik dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan pengujian *microhardness* dilaksanakan di Badan Pengkajian Dan Penerapan Teknologi (BPPT) Serpong, Tangerang Selatan.

3.2 Bahan yang Digunakan

Bahan – bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah :

- a. Batu Kapur

Pada penelitian ini batu kapur dibuat dalam bentuk serbuk.



Gambar 3.1. Serbuk Batu Kapur

b. Aquades

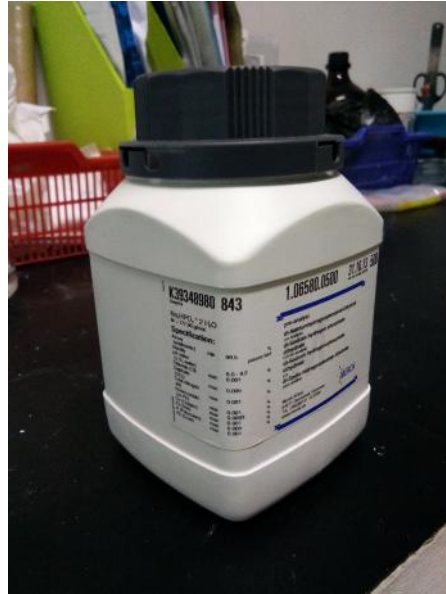
Aquades adalah air murni atau H_2O , yaitu air hasil destilasi atau air hasil penyulingan yang hampir tidak mengandung mineral.



Gambar 3.2. Aquades

c. Na_2HPO_4

Natrium Hidrogen Fosfat (Na_2HPO_4) adalah garam natrium dari asam fosfat yang digunakan sebagai sumber fosfat dalam penelitian.



Gambar 3.3. Na_2HPO_4

3.3 Alat yang Digunakan

Adapun alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah sebagai berikut:

a. Mesin *Ball Mill*

Mesin *Ball Mill* adalah mesin penggiling atau mesin gerinding yang berfungsi dan digunakan untuk menggiling suatu bahan material keras untuk menjadi bubuk yang sangat halus. Pada penelitian ini mesin *ball mill* digunakan untuk menggiling dan mengaduk serbuk batu kapur.

Spesifikasi mesin *Ball Mill*:

Merk	: Retsch
Type	: PM400 i = 1:-3
Kapasitas	: max. 4×220 ml



Gambar 3.4. Mesin *Ball Mill*

b. Mesin Pengayak Serbuk

Mesin pengayak serbuk digunakan untuk mengayak/menyaring serbuk batu kapur.



Gambar 3.5. Mesin Pengayak Serbuk

c. Oven Laboratorium

Oven Laboratorium digunakan untuk mengeringkan serbuk kapur yang telah diaduk dengan mesin *ball mill*.

Spesifikasi Oven Laboratorium

Merk	: Memmert
Type	: UN 55
Volume	: 53 L
Dimensi interior	: 400×400×330 mm
Temperatur	: 5 °C s/d 300 °C



Gambar 3.6. Oven Laboratorium

d. *Furnace*

Furnace atau sering disebut dengan tungku pembakaran adalah sebuah perangkat yang digunakan untuk pemanasan. Pada penelitian ini *furnace* digunakan untuk memanaskan serbuk hidroksiapatit.



Gambar 3.7. *Furnace*

e. Gelas ukur

Gelas ukur digunakan untuk mengukur volume aquades.



Gambar 3.8. Gelas Ukur

f. *Beaker Glass*

Beaker glass digunakan sebagai wadah untuk mencampur batu kapur, Na_2HPO_4 , dan aquades.



Gambar 3.9. *Beaker Glass*

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian yang dilakukan dibagi menjadi empat tahap yaitu:

3.4.1. Survei Lapangan dan Studi Pustaka

Pada penelitian ini, proses yang dilakukan adalah dengan mengumpulkan data awal sebagai studi pustaka. Studi pustaka bertujuan untuk mengenal masalah yang dihadapi, serta untuk menyusun rencana kerja yang akan dilakukan. Pada studi awal dilakukan langkah-langkah seperti survei lapangan yang berhubungan dengan penelitian yang ingin dilakukan serta mengambil data-data penelitian yang sudah ada sebagai pembandingan terhadap hasil pengujian yang akan dianalisis.

3.4.2. Persiapan bahan

Adapun prosedur pembuatan hidroksiapatit yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Menggiling batu kapur untuk dijadikan menjadi serbuk menggunakan mesin *ball mill*.
- b. Menyaring serbuk batu kapur menggunakan mesin pengayak serbuk dengan ukuran 200 mesh.

3.4.3. Pembuatan hidroksiapatit

Proses pembuatan hidroksiapatit dilakukan dengan langkah – langkah sebagai berikut:

- a. Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan hidroksiapatit ditimbang dan diukur.
- b. Mencampurkan serbuk batu kapur, Na_2HPO_4 , dan aquades ke dalam *beaker glass* dengan ukuran sebagai berikut:

1) Serbuk batu kapur : 5 gr

2) Na_2HPO_4 : 5,34 gr

3) Aquades : 10 ml

- c. Mengaduk bahan – bahan yang telah disiapkan dengan menggunakan mesin *ball mill* dengan parameter yang telah ditentukan.

- d. Keringkan bahan dengan menggunakan oven laboratoium dengan suhu 80°C selama 17 jam.
- e. Setelah bahan tersebut kering, kemudian dilakukan proses sintering menggunakan *furnace* dengan suhu 600°C selama 2 jam.

Tabel penelitian untuk pembuatan hidroksiapatit adalah sebagai berikut :

Tabel 3.1 Tabel Penelitian Pembuatan Hidroksiapatit.

Kode	<i>Milling</i>		<i>Sintering</i>	
	v (rpm)	t (jam)	T ($^{\circ}\text{C}$)	t (jam)
W1	300	2	600	2
W2	300	3	600	2
W3	300	4	600	2

3.4.4. Pengujian dan Pengolahan Data

Setelah bahan selesai dibuat, selanjutnya dilakukan pengujian.

Pengujian yang dilakukan pada penelitian ini yaitu :

A. Karakterisasi Hidroksiapatit

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui sifat fisik dari hidroksiapatit dengan menggunakan pengujian dibawah ini:

1) *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction bertujuan untuk menganalisis komposisi dan mengkarakterisasi kristal pada serbuk hidroksiapatit.



Gambar 3.10. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Langkah – langkah pengujian XRD pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Sebanyak 1 gram bubuk hidroksiapatit dicetak dan dipres pada wadah sampel.
- b. Sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRD dengan sumber Cu yang memiliki panjang gelombang 15.4060 nm.
- c. Hasil yang tampak pada monitor selanjutnya dilakukan interpretasi hasil.
- d. Mengulangi tahap 1 – 3 untuk krakterisasi sampel W2 dan W3.

2) *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Fourier Transform Infrared bertujuan untuk mengetahui unsur–unsur yang terdapat pada bubuk hidroksiapatit.



Gambar 3.11. *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Langkah – langkah pengujian FTIR adalah:

- a. Mempersiapkan 1 gram bubuk hidroksiapatit.
- b. Sampel dimasukkan pada tempat sampel kemudian dipress.
- c. Sampel diletakkan pada alat FTIR.
- d. Hasil yang tampak pada monitor selanjutnya dilakukan interpretasi hasil.
- e. Mengulangi tahap 1 – 4 untuk sampel W2 dan W3.

B. Pengujian Mekanik

Pengujian mekanik dilakukan dengan pengujian *microhardness*. Sebelum dilakukan pengujian *microhardness*, serbuk HA dikompaksi berbentuk silinder dengan ukuran diameter 2 cm dan tinggi 1 cm dengan tekanan 5 MPa selama 2 menit, kemudian tekanan ditambah menjadi 7,5 MPa selama 3 menit. Sampel yang telah dikompaksi kemudian *dimolding* dengan menggunakan *epoxy*

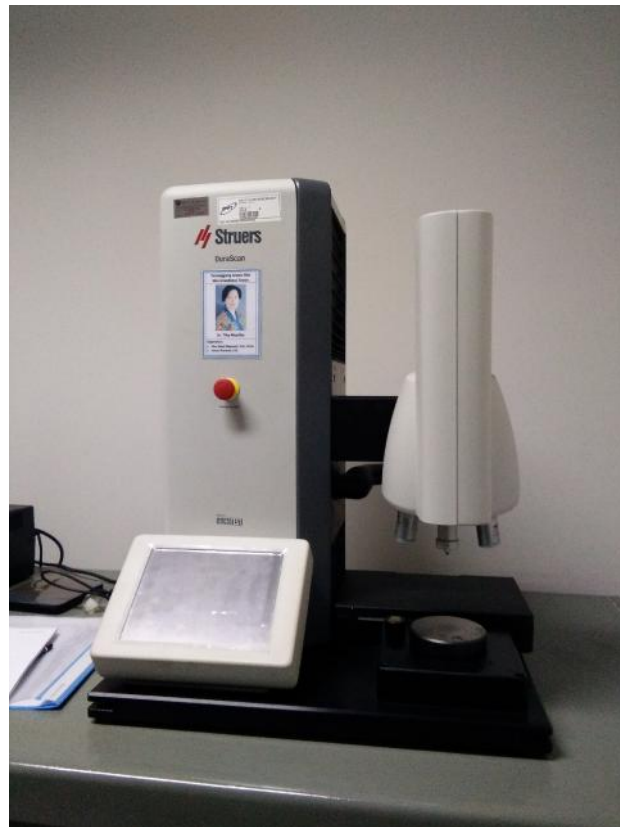
resin dan *hardener*. Setelah sampel keras kemudian dilakukan *polising* supaya permukaan sampel yang akan diuji rata.

Pengujian *microhardness* bertujuan untuk mendapatkan nilai kekerasan mikro dari hidroksiapatit. Nilai kekerasan dalam satuan HV (*Hardness Vickers*). Pengujian ini menggunakan mesin *emcotest*.

Spesifikasi mesin:

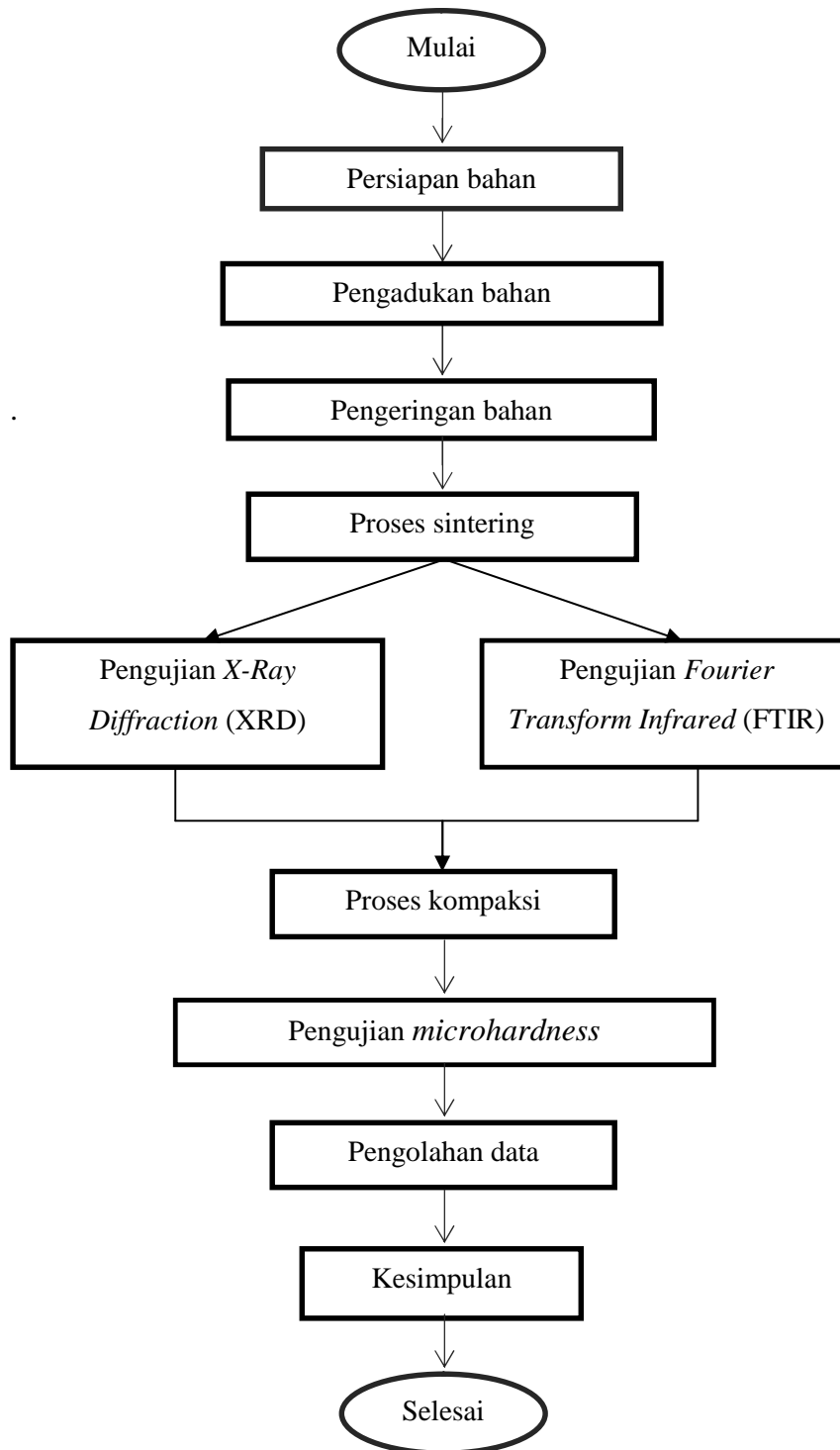
Merk : Struers

Type : Vickers



Gambar 3.12. Mesin Uji *Microhardness*

3.5 Alur Proses Penelitian



Gambar 3.13. Diagram Alur Proses Penelitian

BAB V

SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Dari pengamatan XRD menunjukkan derajat kristalinitas pada sampel W1 dengan waktu *milling* 2 jam sebesar $37,43^\circ$ dengan intensitas 2,40, dari sampel W2 dengan waktu *milling* 3 jam sebesar $32,15^\circ$ dengan intensitas 2,78, dan dari sampel W3 dengan waktu *milling* 4 jam sebesar $32,26^\circ$ dengan intensitas 2,77.
2. Dari pengamatan FTIR, menunjukkan adanya ion Karbonat (CO_3^{2-}) dari sampel W1 dengan waktu *milling* 2 jam pada $1420,87 \text{ cm}^{-1}$, dari sampel W2 dengan waktu *milling* 3 jam pada $1422,14 \text{ cm}^{-1}$, dan dari sampel W3 dengan waktu *milling* 4 jam pada $1413,59 \text{ cm}^{-1}$, ion Fosfat (PO_4^{3-}) dari sampel W1 dengan waktu *milling* 2 jam pada $564,13$ dan $1016,11 \text{ cm}^{-1}$, dari sampel W2 dengan waktu *milling* 3 jam pada $565,24$ dan $1018,57 \text{ cm}^{-1}$, dan dari sampel W3 dengan waktu *milling* 4 jam pada $564,64$, $599,59$ dan $1025,45 \text{ cm}^{-1}$, dan ion Hidroksil (OH^-) dari sampel W1 dengan waktu *milling* 2 jam pada $2360,00 \text{ cm}^{-1}$, dari sampel W2 dengan waktu *milling* 3

jam pada $2359,90 \text{ cm}^{-1}$, dan dari sampel W3 dengan waktu *milling* 4 jam pada $3030,33 \text{ cm}^{-1}$.

3. Nilai kekerasan rata – rata tertinggi terdapat pada sampel W2 dengan waktu *milling* 3 jam sebesar 14,92 HV, dan nilai kekerasan rata – rata terendah pada sampel W3 dengan waktu *milling* 4 jam sebesar 13,42 HV, serta untuk sampel W1 dengan waktu *milling* 2 jam didapat hasil 14,46 HV.

5.2. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan saran yang dapat diberikan adalah perlu dilakukan pengujian lebih lanjut dengan menambah variasi rotasi *milling* atau menambah variasi suhu pada saat proses sinter untuk mengetahui karakterisasi dan kekuatan mekanik yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Adzila, S., et al. 2012. *Mechanochemical Synthesis Of Hydroxyapatite Nanopowder: Effects Of Rotation Speed And Milling Time On Powder Properties*. International Journal of Adhesion and Adhesives 25:77-86.
- Bertazzo, S., et al. 2010. *Hydroxyapatite surface solubility and effect on cell adhesion*. Journal of Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 78(2): 177-184.
- Corno, M., et al. 2006. *Periodic ab initio study of structural and vibrational features of hexagonal hydroxyapatite $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$* . Journal of Physical Chemistry Chemical Physics, 8 (21): 2464-2472.
- Dewi, S. 2007. *Analisis Kuantitatif, Kekerasan Dan Pengaruh Termal Pada Mineral Tulang Manusia*. Skripsi. IPB Pr. Bogor.
- Elliott, J. C., et al. 1994. *Monoclinic Hydroxyapatite Science*, 180 (4090): 1055-1057.
- Herliansyah, M. K. 2010. *Produksi Hydroksiapatite Bone Graft dari Bahan Baku Alami Lokal Untuk Mengganti Bone Filler Import pada Aplikasi Biomedis*. Fakultas Teknik Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Jarcho, M., et al. 1976. *Hydroxyapatite Synthesis and Characterization in Dense Polycrystalline Form*. Journal of Materials Science, 11 (11): 2027-2037.
- Kato, K., et al. 1979. *Biocompatible of Apatite Ceramics in Mandibles*. Journal of Artificial Cells, Blood Substitutes and Biotechnology, 7 (2): 291-297.
- Keaveny, T. 2004. *Standard Handbook of Biomedical Engineering and Design*. McGraw Hill.
- Menik, S. 2010. *Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan XRD & X-Ray Physic Basic Unit*. Jurnal Neutrino, 3 (1): 32-43.
- Mulyaningsih, NN. 2007. *Karakteristik Hidroksiapatit Sintetik dan Alami Pada Suhu 1400^oC*. Skripsi. IPB Pr. Bogor.

- Narasaraju, T. S. B. *et al.* 1996. *Some Physico-Chemical Aspects of Hydroxyapatite*. *Journal of Materials Science*, 31 (1): 1-21.
- Ningsih, R. P. 2014. *Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Kepah (Polymesoda erosa) dengan variasi waktu pengadukan*. *JKK*, 3 (1):22-26.
- Park, J. 2007. *Biomaterials: An Introduction*. Springer. Berlin. Germany.
- Road, V. M. 2001. *Introduction of Fourier Transform Infrared Spectrometry*. USA. Thermo Nicolet. <http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf>. (31 Mei 2017).
- Safanti, R. A. M. 2015. *Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Kalsit (PT. Dwi Selo Mas Sidoarjo) Sebagai Bone Graft Sintetis Menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan Fourier Transform Infra Red (FTIR)*. Skripsi. Universitas Jember. Jawa Timur.
- Salain, A. K., dkk. 2009. *Pengaruh Asam Karbonat (H₂CO₃) Terhadap Kekuatan Tumbukan agregat Batu Kapur*. *Jurnal Ilmiah Teknik Sipil*, 13(2): 108-114.
- Robiatuh, S. 2009. *Karakterisasi Biokomposit Apatit-Kitosan dengan XRD (X-Ray Diffraction), FTIR (Fourier Transform Infrared), SEM (Scanning Electron Microscopy) dan Uji Mekanik*. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. IPB Pr. Bogor.
- Sloane, E. 2003. *Anatomi dan Fisiologi untuk Pemula*. EGC. Jakarta.
- Suchanek, W., *et al.* 1998. *Processing and Properties of Hydroxyapatite-Based Biomaterials of Use as Hard Tissue Replacement Implants*. *Journal of Materials Research*, 13: 94-117.
- Ylinen, P. 2006. *Applications of Coralline Hydroxyapatite with Bioabsorbable Containment and Reinforcement as Bone Graft Substitute*. *Academic Dissertation Departement of Orthopaedics and Traumatology*. Helsinki University Central Hospital and University of Helsinki. Helsinki.
- Yuwono, A.H. 2009. *Buku Panduan Praktikum Karakterisasi Material 1 Pengujian Merusak (Destructive Testing)*. Departemen Metalurgi Dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia.