

STUDI PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI TERHADAP KEKERASAN BENTUK MORFOLOGI, DAN ANALISIS POROSITAS NANOKOMPOSIT CaO/SiO_2 UNTUK APLIKASI BAHAN BIOMATERIAL

Akhmad Kurniawan¹, Muchammad Nizar¹, Muhammad Rijal¹, Redy Bagas¹, Woro Setyarsih¹

¹Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Surabaya
E-mail : kurniawanakhmad27@gmail.com

Abstract

Biomaterial substance is needed by citizen, but the supplied is limited and expensive. It becomes inspirations give new efficiency innovations biomaterial substance from nature. For that research is done which has purpose to make biomaterial substance from eggshell waste and mud. Method which is used are nanocomposite CaO/SiO_2 synthesis and mix by ratio 2:1., then calcinations by temperature 700°C , 800°C , 900°C , then characterize use hardness vickers, SEM, BET test. The result of characterization of show that at 900°C the quality highest hardness received is $109,1 \pm 5,22$ VHN. Then microstructure where in this temperature granula which clod and became bigger the pore little. Where as for its porosity analyzed at this temperature of surface value is $23.843 \text{ m}^2/\text{g}$ and pore volume is 0.007 cc/g . From the analysis can get conclusions that the increasing by temperature of calcinations caused hardness quality increase and influence microstructure also surface area at the sample surface.

Keywords : Biomaterial, nanocomposite CaO/SiO_2 , Hardness Vickers, SEM, BET

Abstrak

Bahan biomaterial saat ini dibutuhkan bagi masyarakat, namun saat ini penyediaannya sangat terbatas dan harganya yang mahal. Hal ini mendorong terciptanya inovasi bahan biomaterial yang efisien dan berasal dari alam. Untuk itu dilakukan penelitian yang bertujuan untuk membuat bahan biomaterial dari limbah cangkang kerang dan lumpur Sidoarjo. Metode yang digunakan adalah melakukan sintesis nanokomposit CaO dan SiO_2 , dan mencampur dengan rasio 2:1, kemudian dikalsinasi pada suhu 700°C , 800°C , 900°C setelah itu mengkaraterisasinya menggunakan uji mekanik harness vickers dan SEM, BET. Hasil karakterisasi menunjukkan pada suhu 900°C nilai kekerasan tertinggi dicapai pada suhu pemanasan 900°C yaitu sebesar $109,1 \pm 5,22$ VHN. Kemudian bentuk mikrostruktur dimana pada suhu ini terbentuk butiran yang menggumpal dan membesar dengan ukuran pori mengecil. Sedangkan untuk analisa porositasnya pada suhu ini nilai surface area sebesar $23.843 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume pori sebesar 0.007 cc/g . Dari analisis diatas dapat disimpulkan bahwa meningkatnya suhu pemanasan menyebabkan sifat kekerasannya semakin meningkat dan mempengaruhi bentuk mikrostruktur serta surface area pada permukaan sampel.

Kata kunci : Biomaterial, nanokomposit CaO/SiO_2 , Hardness Vickers, SEM, BET

I. PENDAHULUAN

Dalam kehidupan sehari-hari sering kita menjumpai kasus-kasus kecelakaan seperti kecelakaan lalu lintas, kecelakaan kerja, bencana alam dll. Ini menyebabkan sebagian anggota tubuh dari korban kecelakaan mengalami keretakan, patah tulang disebagian tubuh atau seluruhnya [2], oleh karena itu perlu adanya penyediaan bahan biomaterial secara berkelanjutan murah, mudah didapat yaitudengan memanfaatkan material alam seperti limbah cangkang kerang dan lumpur Sidoarjo.

Limbah cangkang kerang pemanfaatannya belum maksimal sekedar digunakan untuk hiasan. Cangkang kerang memiliki kandungan kalsium karbonat sebesar 66,70%, namun pemanfaatannya yang belum maksimal maka perlu ada inovasi agar cangkang kerang lebih bermanfaat bagi kehidupan selanjutnya. Semburan lumpur Sidoarjo sampai saat ini masih terus berlangsung. Menurut [10] bahwa kandungan silika lumpur Sidoarjo sebesar 55% yang disintesis dengan metode kopresipitasi.

Melihat potensi cukup besar dari cangkang kerang dan lumpur Sidoarjo maka perlu inovasi yang dapat diaplikasikan dan diterapkan pada dunia medis yaitu sebagai bahan biomaterial untuk implan pada tulang. Menurut [5] bahwa SiO_2/CaO dapat diaplikasikan untuk bahan bioaktif dengan menambahkan PLA sebagai matriknya, sedangkan pada penelitian [4] CaO dan SiO_2 digunakan sebagai komposit film bioaktif untuk biomedis.

Penelitian ini adalah melakukan sintesis serta karakterisasi CaO dan SiO_2 dalam orde nano untuk aplikasi bahan biomaterial dan bioaktif dengan perlakuan kalsinasi untuk melihat sifat kekerasan serta morfologinya.

Definisi biomaterial pada hand book yang berjudul “*Overview of Biomaterials and Their Use in Medical Devices*” adalah material sintetik digunakan untuk memperbaiki atau menggantikan fungsi jaringan tubuh. Biomaterial adalah material

tak-hidup yang digunakan untuk perangkat medis yang mampu berinteraksi dengan sistem biologis. Biomaterial adalah material sintetik yang digunakan untuk menggantikan atau memperbaiki fungsi jaringan tubuh secara berkelanjutan atau sekedar bersentuhan dengan cairan tubuh [2]. Interaksi yang dilakukan didalam tubuh harus memiliki sifat-sifat antara lain memiliki ketahanan yang tinggi, memiliki sifat biokompatibilitas yang sempurna, tidak menimbulkan racun, tahan lama, dan tidak mudah rapuh.

Cangkang kerang yang berasal dari daerah kenjeran memiliki potensi besar untuk diambil kandungan kalsiumnya. Pada penelitian [9] kandungan nano CaO yang disintesis dengan metode kopresipitasi memiliki kadar CaO sebesar 93,34%. Secara umum komposisi kalsium pada cangkang kerang adalah sebesar 66,70%, silika 7,88%, magnesium 22,28%, sisanya material lain. Sintesis yang dihasilkan nantinya berukuran nano sekitar 4nm sehingga diharapkan partikel CaO berukuran nanopartikel. Kalsium oksida memiliki sifat seperti tahan lama, memiliki daya aktifitas tinggi, kekuatan basa tinggi, dan mudah didapat.

Semburan lumpur Sidoarjo di desa Siring, Porong, Sidoarjo sampai saat ini masih terus berlangsung. Menurut data hasil pengujian *Deputi Bidang TPSA-BPPT* terhadap kandungan kimia lumpur Sidoarjo yang paling besar silika sebesar 54,92%, aluminium 25,07%, besi 10,15% sisanya material lain. Pada penelitian [7] bahwa lumpur Sidoarjo yang disintesis dengan metode kopresipitasi memiliki kandungan silika sebesar 96,90% pada pH7. Silika yang dihasilkan adalah fase amorf pada pemanasan di atas 500°C , sedangkan fase kristal pada pemanasan di atas suhu 1000°C . Sintesis yang dihasilkan berukuran nanopartikel.

Pada penelitian [6] kandungan CaO dari batu kapur 82,5%, dan kandungan SiO_2 dari pasir kuarsa 97,5% dengan nilai kekerasan

biomaterialnya sebesar 64,03%. Sedangkan pada penelitian ini, material yang digunakan ialah limbah cangkang kerang dan lumpur Sidoarjo dengan kandungan CaO 97,54%, dan SiO₂ 98,5%. Melihat kandungan CaO dan SiO₂ yang cukup tinggi maka pada penelitian ini adalah mencoba untuk mengaplikasikan sebagai bahan biomaterial.

Nanokomposit CaO/SiO₂ banyak diteliti untuk aplikasi bahan biomaterial dan bioaktif. Biomaterial komposit cocok dan baik digunakan sebagai biomedis karena dapat diaplikasikan untuk perbaikan tulang dan penggantian tulang sendi serta pembuatan graft tulang sendi. Menurut penelitian [5] bahwa sintesis nanokomposit CaO/SiO₂ pada fase *wollastonite*, *dicalcium silicate*, dan *diopside* sangat baik digunakan sebagai bahan pengganti tulang atau tulang buatan.

II. METODE PENELITIAN

Penelitian tentang sintesis nanokomposit CaO/SiO₂ dengan bahan HCl 2 M, NaOH 60 ml, Aquades, lumpur Sidoarjo, cangkang kerang dilaksanakan di Laboratorium Material Jurusan Fisika, FMIPA Unesa, sedangkan untuk karakterisasinya dilakukan di Laboratorium IPA Terpadu, FMIPA Unesa. Alat karakterisasi Hardness vickers dan SEM. Untuk sintesis nanopartikel CaO dari cangkang kerang dengan merendam cangkang kerang dengan HCl lalu dicuci dan dikeringkan selama 24 jam, dipanaskan dengan suhu 900°C, kemudian dihaluskan dan diayak dengan ukuran ayakan 200 mesh, menjadi serbuk nanopartikel CaO [8].

Untuk sintesis nanopartikel SiO₂ diawali dengan mencuci lumpur Sidoarjo dan merendam dengan HCl, lalu dikeringkan dan dihaluskan, 10 gr lusi, dicampur dengan NaOH 60 ml (7M) sampai warna kecoklatan, ditambahkan aquades 250 ml, disaring larutannya (natrium silikat), 250 ml natrium silikat dititras dengan HCl sampai terbentuk endapan putih, dicuci sampai PH7, dikeringkan lalu dihaluskan terbentuklah nanopartikel SiO₂[7].

Untuk membuat nanokomposit CaO dengan SiO₂ menimbang serbuk nano CaO dan SiO₂ dengan mencampur perbandingan 2 : 1 lalu dicampur, masing-masing sampel ditetesi larutan PVA kemudian dipelet, kemudian sampel dipanaskan pada suhu 700°C, 800°C, 900°C dengan waktu holding time 5 jam, kemudian masing-masing sampel dikarakterisasi [6].

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilaksanakan hasil data dan analisisnya adalah sebagai berikut:

A. Kekerasan

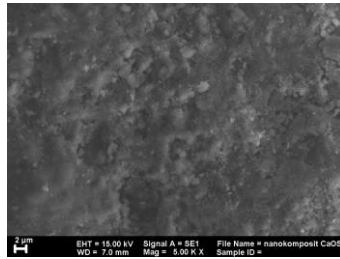
No	Suhu (°C)	Titik Pengujian	Nilai Kekerasan	
			Tiap titik (VHN)	Rata-rata (VHN)
1.	700	1	86,3	73,6 ± 5,67
2.		2	65,5	
3.		3	80,7	
4.		4	66,6	
5.		5	69,2	
6.	800	1	78,7	85,9 ± 4,63
7.		2	80,3	
8.		3	88,1	
9.		4	79,6	
10.		5	102,8	
11.	900	1	157,4	109,1 ± 5,22
12.		2	97,8	
13.		3	101,6	
14.		4	89,8	
15.		5	99,3	

Dari data yang telah disajikan di atas bahwa nilai kekerasan yang terbaik pada suhu kalsinasi 700°C adalah 86,3 dengan nilai kekerasan rata-rata sebesar 73,6 ± 5,67 VHN, pada suhu 800°C nilai kekerasan terbaik adalah sebesar 102,8, dengan nilai rata-rata sebesar 85,9 ± 4,63 VHN, pada suhu 900°C nilai kekerasan terbaik adalah sebesar 157,4 dengan nilai kekerasan rata-rata sebesar 109,1 ± 5,22 VHN.

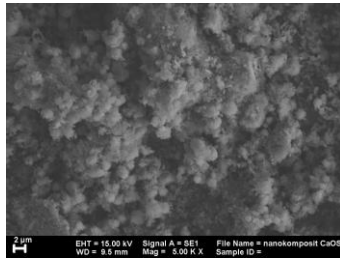
Nilai kekerasan pada suhu 700°C nilainya masih di bawah kekerasan suhu 800°C. Pada suhu 800°C nilai kekerasan mengalami peningkatan namun masih di bawah suhu 900°C. Pada suhu 900°C nilai kekerasan mengalami peningkatan hal ini

disebabkan pada suhu kalsinasi tinggi ikatan antar butiran semakin meningkat. Menurut teori bahwa peningkatan suhu kalsinasi akan mempengaruhi ukuran butiran yaitu semakin kecil sehingga ikatan antar butirannya akan semakin meningkat di daerah permukaan yang menyebabkan nilai kekerasannya semakin tinggi.

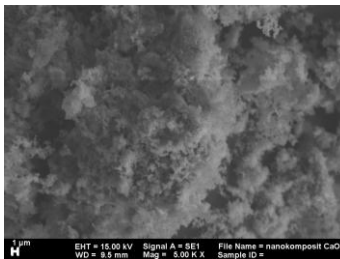
B. Bentuk Mikrostruktur



700°C



800°C



900°C

Pada suhu 700°C permukaannya mulai tidak merata, dikarenakan pada suhu ini mulai terbentuk granula-granula/butiran dan pori-pori pada permukaan sampel terlihat pori-porinya banyak dan ukuran butiran mulai terlihat dan masih ada juga butiran yang masih melekat sehingga terlihat sebagian permukaannya rata. Pada suhu 800°C ukuran butiran mulai terlihat membesar namun belum membentuk segumpulan butiran dan pori-porinya mulai banyak dan ukurannya membesar sehingga membentuk permukaan yang tidak merata.

Pada suhu 900°C ikatan antar butiran semakin mengecil serta pori-pori yang tadinya terlihat membesar mulai terlihat

menyusut sehingga tampak pada suhu kalsinasi 900°C luas permukaannya mulai ada yang terlihat membesar dan membentuk segumpulan granula-granula besar dan lebar, serta terlihat sebagian permukaannya mulai rata. Menurut [6] bahwa pemanasan pada suhu tinggi akan menyebabkan pori-pori mengecil dan akan mengalami transformasi sehingga pori-pori akan tertutup sempurna dan batas butiran-butirannya akan meng-

C. Porositas

No	Suhu Pemanasan	Surface Area (m ² /g) Reduction/ Distribution	Pore Volume (cc/g)
1	700°C	10,184 dan 13,394	0,001 dan 0,034
2	800°C	7.081 dan 8,045	0.001 dan 0,022
3	900°C	23.843 dan 32,232	0.007 dan 0,176

Berdasarkan tabel di atas dapat diketahui bahwa surface area dan volume pori CaO/SiO₂ pada suhu pemanasan 700°C yaitu untuk reduksi pori sebesar 10,184 m²/g dengan volume pori 0,001 cc/g, untuk distribusi pori sebesar 13,394 m²/g dengan volume pori sebesar 0,034 cc/g. Pada suhu pemanasan 800°C yaitu untuk reduksi pori sebesar 7.081 m²/g dengan volume pori 0.001 cc/g, untuk distribusi pori sebesar 8,045 m²/g dengan volume pori sebesar 0,022 cc/g. Pada suhu pemanasan 900°C yaitu untuk reduksi pori sebesar 23.843 m²/g dengan volume 0.007 cc/g, untuk distribusi pori sebesar 32,232 m²/g dengan volume pori sebesar 0,176 cc/g.

Nilai surface area dan volume pori distribusi lebih besar dari proses reduksi karena pada proses distribusi ukuran partikel serta luas permukaan lebih kecil hal ini menyebabkan ukuran butiran pada permukaan sampel semakin kecil dan mengalami penyusutan. Pada suhu 900°C surface area dan volume pori lebih besar karena pada suhu ini ukuran partikel semakin kecil serta sebagian permukaan

sudah mengalami pemadatan dan sebagian pori-porinya mengalami penyusutan pada pemanasan yang lebih tinggi ini disebabkan karena adanya proses difusi antara butiran satu dengan butiran lain yang luas permukaannya lebih kecil.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan analisis data dan pembahasan di atas, dapat disimpulkan bahwa :

1. Pada suhu kalsinasi 900°C nilai rata-rata kekerasan nanokomposit CaO/SiO₂ sebesar 109,1 ± 5,22 VHN.
2. Suhu pemanasan tinggi akan mempengaruhi bentuk mikrostruktur serta keporian pada permukaan sampel serta menyebabkan nilai kekerasan semakin tinggi.
3. Pada suhu 900°C nilai porositas yang paling baik dengan nilai surface area sebesar 23.843 m²/g dan volume pori sebesar 0.007 cc/g.
4. Bahwa nanokomposit CaO/SiO₂ yang berasal dari cangkang kerang dan lumpur sidoarjo sangat dimungkinkan diaplikasikan sebagai bahan biomaterial karena memiliki yang lebih baik dari penelitian sebelumnya yang dilakukan [6]namun berbeda dari prekursoranya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada lembaga penelitian dan pengabdian kepada masyarakat Universitas Negeri Surabaya melalui SK No. 1039.14 /UN38.9/LT/2014 yang telah memberikan dukungan dalam bentuk dana hibah penelitian, ketua jurusan fisika dan dosen pembimbing.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Kurniawan, A., M., Nizar, M., Rijal, Redy Bagas. 2014. *Study Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Sifat Kekerasan dan Mikrostruktur CaO/SiO₂ Untuk Aplikasi Bahan Biomaterial*. Prosiding Seminar dan Lokakarya Nasional Fisika 2014. Unesa.

- [2] Arifin, Fatahul dan Eka Satria Martomi. 2009. *Keramik (Advance Ceramics) Sebagai Material Alternatif di Bidang Kesehatan*. Jurnal Austenit. 1(1): April 2009.
- [3] Cahyanto, Arief. 2009. *Makalah Biomaterial*. Bogor : Institut Pertanian Bogor
- [4] Federman, R., S., H., S., Mansur, E., F., B., Stancioli. 2009. *Biocompatibility evaluation of SiO₂-CaO/stainless steel composite bioactive film for biomedical application*. Instituto Nacional da Propriedade Industrial Portugal.
- [5] Jin-Bo, LI, LI Xuan Yong, LI Wei Feng, ZHOU Jiang Hao . 2011. *Preparation and Characterization of Bioactive Poly (Lactic Acid)/SiO₂-CaO Composite Membranes*. Journal of inorganic materials.26(9).
- [6] Lukman. M., W., Yudyanto, Hartatiek (2012). *Artikel Sintesis biomaterial Komposit CaO-SiO₂ Berbasis Material Alam (Batuan Kapur dan Pasir Kuarsa) dengan Variasi Suhu Pemanasan dan Pengaruhnya Terhadap Porositas, Kekerasan dan Mikrostruktur*. Universitas Negeri Malang. 2012.
- [7] Januar, Akhmad., P. 2013. *Pengaruh pH Akhir Larutan Pada Sintesis Nanosilika Dari Bahan Lusi dengan Metode Kopresipitasi*. Universitas Negeri Surabaya. 2013
- [8] Rahmawati, I., Nurjanah. 2013. *Pengaruh Variasi Kecepatan Aliran Gas CO₂ Terhadap Kemurnian dan Ukuran Kristal Nanokalsit dari Cangkang Kerang Bulu dengan Metode Karbonasi*. Universitas Negeri Surabaya. 2013
- [9] Rahmawati, Sari., dkk. 2012. *Sintesis Partikel Nano CaO Dengan Metode Kopresipitasi Dan Karakterisasinya*. FMIPA. ITS. 2012
- [10] Munasir, Triwikantoro. 2010. *Sintesis Gel Orde Nano dari Lumpur Sidoarjo (Lusi) dan Prospek Aplikasinya*. Universitas Negeri Surabaya. 2010.