

ANALISIS KARAKTERISASI SERBUK BIOKERAMIK DARI CANGKANG TELUR AYAM BROILER

Hendri Van Hoten^{1*}

¹Staf Pengajar Program Studi Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Bengkulu Jl. W.R. Supratman Bengkulu 38371

Email: *vanho8284@gmail.com

ABSTRACT

The research is about analysis of Nano Sized Bioceramic Characterization Using Particle Size Analyzer (PSA). In the previous research, optimization of the parameters of making nano powders on Ball Mill machines using the Taguchi and ANOVA methods. The optimum parameters of the Taguchi Design analysis were grinding rate, grinding time and Ball Powder Ratio respectively 250 rpm, 3 hours and 1: 6. After that the characterization of the powder use a Scanning Electron Microscope (SEM) and Transmission Electron Microscope (TEM). Powder size measurement use SEM tools obtained the smallest average size of 1.305 nm while using TEM tools showed the average size of the smallest powder between 50-100 nm. TEM test results were confirmed again using PSA. The results of the characterization using PSA showed that the particle size in the range 100-300 nm was approximately 80%.

Keywords: Bioceramic, Particle Size Analyzer, Scanning Electron Microscope, Transmission Electron Microscope

PENDAHULUAN

Kemajuan ilmu rekayasa atau *engineering*, khususnya rekayasa pada material telah meluas pada bidang biomedis. Bahan baku obat-obatan dari alam sedang diminati oleh para peneliti pada saat ini untuk diteliti. Penelitian tersebut ditujukan untuk mendapatkan sumber bahan atau material biomedis yang direkayasa dalam skala nano, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku obat-obatan. Salah satu bahan biomedis alami yang bisa direkayasa menjadi bahan baku obat-obatan adalah dari jenis biokeramik, dalam hal ini adalah cangkang telur ayam. Seperti diketahui bahwasanya cangkang telur ayam kurang termanfaatkan dan juga sangat lama agar bisa terurai secara alami [1]. Di dalam cangkang telur ayam banyak senyawa-senyawa penyusunnya yang bisa dimanfaatkan menjadi bahan baku alami untuk obat-obatan. Salah satu kandungan kimia bermanfaat yang ditemukan pada cangkang telur ayam adalah Kalsium karbonat (CaCO_3), dimana senyawa ini bisa menetralkan asam [1]. Khasiat dari CaCO_3 ini digunakan pada bidang farmasi sebagai bahan baku obat sakit maag. Beberapa penelitian menunjukkan bahwasanya hampir 94-97% senyawa yang menyusun cangkang telur ayam itu adalah CaCO_3 [2,3]. Unsur-unsur serta Senyawa-senyawa yang bermanfaat pada cangkang telur ayam bisa digunakan sebagai suplemen atau untuk bahan baku perkerasan konstruksi tulang, karena CaCO_3 dapat dimanfaatkan sebagai sumber kalsium [4]. Agar senyawa-senyawa yang terdapat pada cangkang telur ayam bisa termanfaatkan, maka dirubah terlebih dahulu menjadi serbuk yang berukuran nano serta dilakukan analisis karakterisasi cangkang tersebut, sehingga efeknya terhadap tubuh manusia bisa kita

ketahui. Pada penelitian ini akan dilakukan karakterisasi distribusi ukuran serbuk cangkang telur ayam menggunakan alat *Particle Size Analyzer (PSA)*. Proses pembuatan serbuknya sudah dilakukan pada penelitian sebelumnya [5] dan juga sudah dilakukan karakterisasi menggunakan alat SEM, TEM, XRD, FTIR dan XRF [6]. Hal ini bertujuan untuk mengetahui ukuran serbuk dan senyawa-senyawa mana saja yang dapat dimanfaatkan dari serbuk tersebut.

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dimaksudkan untuk analisis karakterisasi pada distribusi ukuran serbuk material dari cangkang telur ayam yang sudah dibuat menggunakan *Ball Milling*. Cangkang telur tersebut diproses dengan menggunakan mesin *Ball Mill* dengan variasi putaran 150, 200 dan 250 rpm, variasi waktu 1, 2 dan 3 jam dan variasi perbandingan antara massa bola penggilingan dengan massa serbuk cangkang telur (*Ball to Powder Ratio* atau *BPR*) 1:6, 1:8, dan 1:10 [5]. Pada setiap 15 menit dilakukan pertukaran arah putaran penggilingan. Sebelum digiling dengan mesin *Ball Mill* cangkang telur dihaluskan terlebih dahulu dan dipanaskan dengan temperatur 900°C [5]. Serbuk untuk sampel material yang diambil adalah serbuk yang dibuat menggunakan parameter proses *Ball Mill* hasil optimasi yaitu laju penggilingan, waktu penggilingan dan *Ball Powder Ratio (BPR)* berturut-turut 250 rpm, 3 jam dan 1:6 [5].



Gambar 1. Alat *Scanning Electron Microscope* merk Hitachi tipe S-3400N.

Pelaksanaan penggilingan serbuk dilakukan sebanyak dua kali sesuai parameter proses hasil optimasi. hal ini bertujuan agar sampel pengujian sebelumnya sama dengan sampel pengujian yang dilakukan pada penelitian ini. Hasil ini akan dibandingkan satu sama lainnya. Bentuk serbuk yang akan diuji dapat dilihat pada Gambar 1. Alat yang digunakan untuk karakterisasi adalah:

A. Alat *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pengamatan struktur mikro sampel dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* untuk melihat ukuran serbuk dan bentuk morfologinya. SEM merupakan mikroskop elektron yang bisa menampilkan gambaran permukaan dan rincian suatu spesimen dengan resolusi yang tinggi [7]. *Scanning Electron Microscope* yang digunakan pada penelitian ini adalah *Scanning Electron Microscope* merk Hitachi S-3400N, Jepang dan seri EMAX X-Act. Bentuk alat ini dapat dilihat pada Gambar 2. Alat ini digunakan untuk pemeriksaan struktur mikro yang lebih besar hingga 5.000 kali dibanding mikroskop optik. Dalam *Scanning Electron Microscope*, juga ada *Energy Dispersive X-ray (EDX)* yang digunakan sebagai pemeriksa komposisi kimia spesimen uji. *Scanning Electron Microscope* yang dipakai untuk penelitian ini berada di Laboratorium Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Andalas.

Sebelum sampel dimasukkan ke dalam *specimen chamber*, sampel dipreparasi terlebih dahulu dengan menempelkan serbuk pada *double carbon tape* yang telah tertempel pada *holder*, selengkapnya ditampilkan pada Gambar 3. Setelah itu, hembuskan udara menggunakan *blower* ke arah serbuk untuk memastikan serbuk menempel kokoh pada *carbon tape*. Apabila terdapat serbuk yang tidak menempel kokoh, maka dikhawatirkan serbuk tersebut terhisap saat proses pemvakuman SEM.



Gambar 2. Alat *Scanning Electron Microscope* merk Hitachi tipe S-3400N.



Gambar 3. Proses pengambilan sampel untuk pengujian serbuk menggunakan SEM.

B. *Transmission Electron Microscope*

Pengamatan struktur nano dengan menggunakan TEM untuk melihat ukuran serbuk sampai nano dengan perbesaran sampai 150.000 kali dan morfologinya. Persiapan sampelnya mirip dengan persiapan sampel menggunakan alat SEM, bedanya sampel TEM dibuat menjadi bentuk tiga dimensi. Bentuk *Transmission Electron Microscope* bisa dapat dilihat pada Gambar 4. Alat *Transmission Electron Microscope* yang digunakan berada di Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Gajah Mada.



Gambar 4. Alat TEM merk Jeol type JEM 1400.

C. PSA



Gambar 5. Alat Delsa™ Nano Zeta Potential and Submicron Particle Size Analyzer

Spesifikasi dari *Delsa™ Nano Zeta Potential and Submicron Particle Size Analyzer* adalah sebagai berikut:

- Size Range*: 0.6nm – 7 μ m
- Zeta Potential Range*: -100mV – +100mV
- Concentration Range*: 0.001% – 40%
- pH Range*: 1 – 13
- Measurement Temperature Range*: 10°C – 90°C
- Environmental Operating Specifications*:
Temperature: 10°C – 40°C *Humidity*: 0% – 90%
w/o condensation
- Light Source*: Laser diode, 658nm, 30mW
- Scattering Angle*: 15°, 30°, 160°

i) *Sample Cells:*

- * *Size cell for particle size (0.06mL, 0.9mL)*
- * *Flow cell for zeta potential (0.7mL)*
- * *Disposable cell for zeta potential (1.5mL)*
- * *High concentration cell for zeta potential (1mL)*
- * *Solid surface cell for zeta potential (0.7mL).*

Pengamatan ukuran serbuk biokeramik dengan menggunakan alat *DelsaTMNano* PSA untuk melihat distribusi ukurannya. Alat PSA banyak digunakan untuk menguji sampel-sampel dalam ukuran nanometer dan submikron [8]. Biasanya material atau sampel memiliki kecenderungan menggumpal yang tinggi. Pada pengecekan menggunakan PSA ini, sampel serbuk didispersikan ke dalam media, sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Hal ini dapat menghasilkan ukuran partikel yang terbaca adalah ukuran dari partikel tunggal (*single particle*). Bentuk dari hasil pengukuran adalah berupa distribusi, sehingga kondisi hasil pengukuran sampel yang diambil dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Alat PSA yang digunakan berda di BPPT-MEPPPO Tangerang, Banten. Bentuk PSA dapat dilihat pada Gambar 5.

HASIL DAN PEMBAHASAN

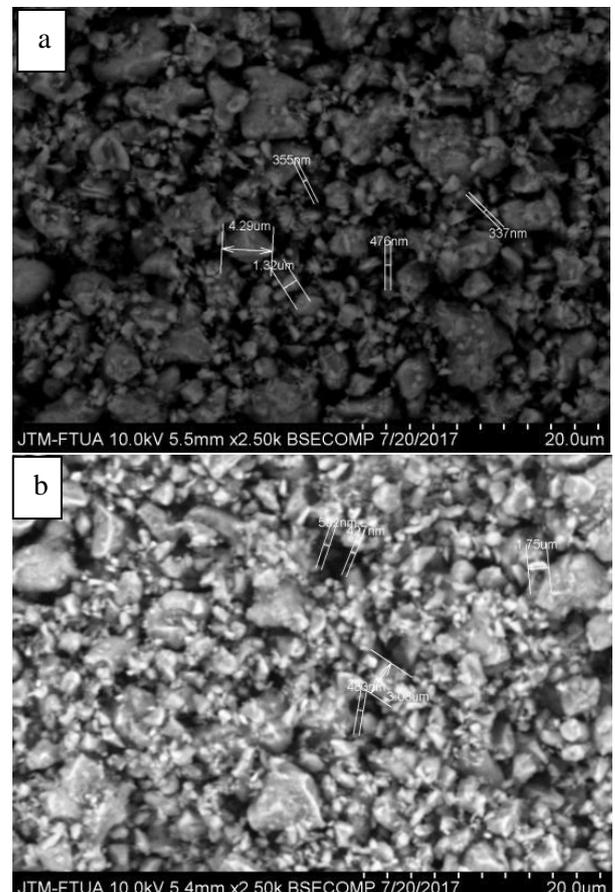
Hasil dari penelitian ini adalah serbuk cangkang telur serta ukuran partikelnya. Parameter penggilingan menggunakan *Ball Milling* hasil optimasi adalah laju penggilingan 250 rpm, waktu penggilingan 3 jam serta *Ball to Powder Ratio* (BPR) sebesar 1:6. Karakterisasi dari serbuk biokeramik yang digiling hasil pengamatannya dapat dilihat pada Gambar 6, 7 dan 8. Ketiga hasil pengamatan ini akan dibandingkan. Hasil pengamatan ukuran serbuk menggunakan SEM dan TEM akan dibandingkan dengan distribusi ukuran serbuk biokeramik hasil pengujian menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)*.

Hasil Pemeriksaan dengan SEM

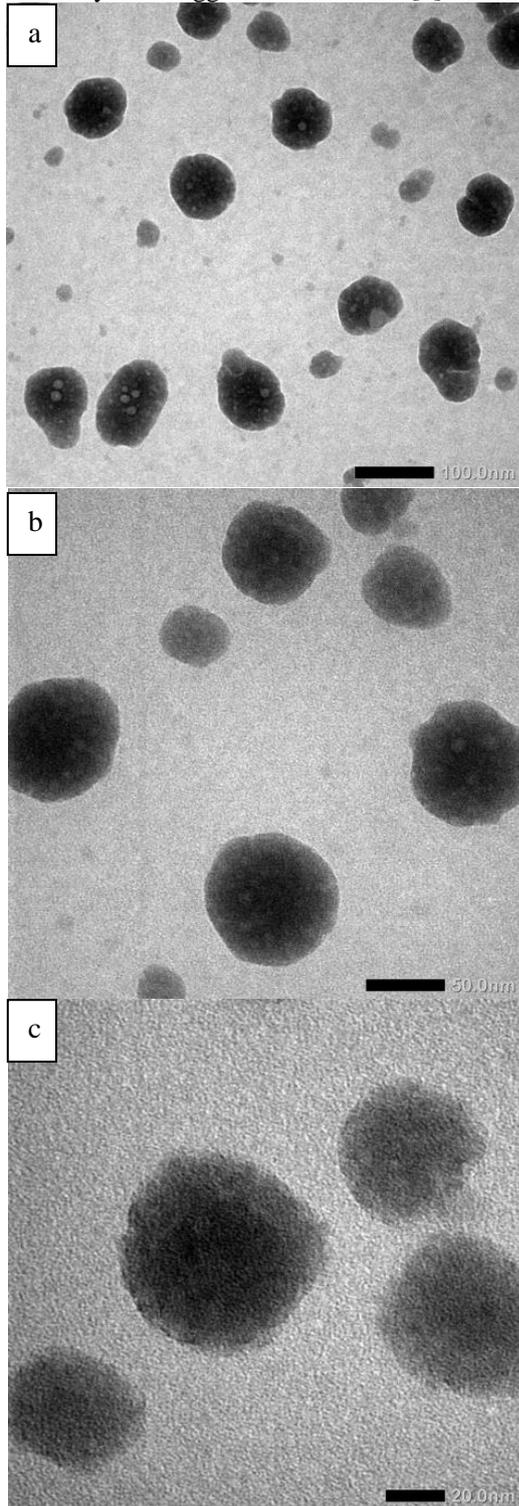
Berdasarkan Gambar 6 dapat kita lihat ukuran serbuk material biokeramik dengan perbesaran 2500X. Gambar 6.a dan 6.b merupakan hasil ukuran sampel untuk proses pengerjaan pertama dan kedua berturut-turut. Ukuran skala jarak antara dua garis yang berdekatan pada kedua gambar tersebut adalah 2 μm sedangkan untuk keseluruhan skala yang ditandai dengan garis tersebut berjarak 20 μm . Pada Gambar 6 tersebut diambil beberapa ukuran sampel serbuk yang berbentuk tunggal, bukan merupakan serbuk yang berbentuk gumpalan. Pada Gambar 6.a ditunjukkan beberapa ukuran serbuk biokeramik, diantaranya ada yang sudah berukuran lebih kurang 0,3; 0,4; 1 μm dan 4 μm , begitu juga pada Gambar 6.b. Hasil pemeriksaan ukuran serbuk biokeramik menggunakan alat SEM tersebut dirata-ratakan nilainya lebih kurang berukuran sebesar 1,305 μm . Sampel serbuk tersebut merupakan hasil pengerjaan dari optimasi parameter, dimana laju penggilingan 250 rpm, waktu penggilingan 3 jam serta *Ball to Powder Ratio* sebesar 1:6 [6].

Hasil Pemeriksaan dengan TEM

Proses pemeriksaan dengan alat TEM sama halnya dengan SEM, perbedaannya prinsipnya adalah dimana alat TEM dapat melihat sampai ukuran nano dengan perbesaran sampai 150.000.000X. Pada pengujian TEM untuk sampel biokeramik dari cangkang telur ayam didapatkan sampel yang sudah berukuran dibawah 100 nm. Hasil ini bisa dilihat pada Gambar 7. Hasil yang didapatkan ini bersesuaian dengan teori yang mengatakan bahwa material teknik yang berstruktur nano adalah material mikrostruktur yang ukurannya dari nol sampai tiga dimensi dengan panjang kurang dari 100 nm [9-11]. Gambar 7.a menunjukkan ukuran serbuk biokeramik dengan skala 500 nanometer (ditunjukkan oleh garis tebal yang berwarna hitam pada bagian bawah kanan gambar). Pada gambar tersebut terlihat banyak serbuk biokeramik yang berukuran dibawah 500 nm. Hal ini memperlihatkan bahwa serbuk biokeramik dari cangkang telur tersebut ada yang sudah berukuran nano. Sehingga perlu dilakukan pengamatan dengan skala yang lebih kecil lagi. Hal ini bisa dilihat pada Gambar 7.b. Pada Gambar 7.b terlihat masih ada sampel serbuk biokeramik yang berukuran lebih kecil dari skala 200 nm. Hal ini ditunjukkan oleh adanya titik-titik kehitaman berukuran lebih kecil dari skala 200 nanometer. Oleh karena itu, dilanjutkan pemeriksaan dengan skala yang lebih kecil yaitu skala 20 nanometer seperti terlihat pada Gambar 7.c. Gambar 7.c menunjukkan bentuk morfologi dari cangkang telur ayam yang berukuran nano yaitu bulat serta berdiameter lebih kurang 50-100nm [9].



Gambar 6. Hasil pemeriksaan serbuk cangkang telur ayam menggunakan alat SEM [6].

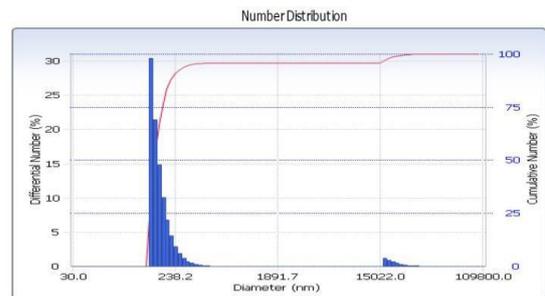


Gambar 7. Hasil pemeriksaan serbuk biokeramik menggunakan alat TEM.

Hasil Pemeriksaan dengan PSA

Pada Gambar 8 menunjukkan ukuran serbuk sudah banyak dalam bentuk nano dari sampel yang diambil untuk pengujian. Hasil tersebut merupakan hasil karakterisasi menggunakan alat PSA. Dimana menunjukkan ukuran partikel pada rentang 100-300 nm sebanyak lebih kurang 80 % dari sampel yang diujikan. Jika dibandingkan dengan hasil pengamatan

menggunakan alat SEM, maka distribusi ukuran serbuk material biokeramik hasilnya bisa dikatakan lebih baik. Hal tersebut ditandai dengan banyaknya sampel yang terbaca berukuran nano. Tetapi hasil pemeriksaan menggunakan alat PSA ini tetap belum menunjukkan hasil yang maksimal untuk distribusi ukuran serbuk nano dari biokeramik ini, karena hasil ini didapatkan dari sampel yang sangat sedikit. Sebaiknya memang harus dilakukan pengujian untuk sampel yang lebih banyak lagi, tetapi keterbatasan biaya menyebabkan hasil pemeriksaan sampel kurang maksimal. Jika dibandingkan dengan alat TEM hasil pengujian menggunakan alat PSA masih jauh dari target yang diinginkan. Dimana hasil uji TEM menunjukkan ukuran rata-rata serbuk biokeramik sudah ada yang mencapai ukuran nano yaitu anatar 50-100 nm, walaupun dengan jumlah yang sedikit juga. Pada sampel yang diuji menggunakan alat PSA distribusi ukuran serbuk antara 100-300 nm. Hasil yang didapatkan ini ada kemungkinan disebabkan oleh sampel yang sudah mengalami penggumpalan ketika diuji, karena proses pengiriman dari kota Bengkulu ke kota Tangerang yang memakan waktu agak lama. Ketika diuji sampel yang seharusnya berukuran antara 50-100 nm menjadi tidak ada pada range ukuran tersebut ketika diuji menggunakan alat PSA.



Gambar 8. Hasil pemeriksaan distribusi ukuran serbuk biokeramik menggunakan alat PSA.

KESIMPULAN

Hasil karakterisasi menggunakan alat PSA didapatkan distribusi ukuran serbuk antara 100-300 nm dari lebih kurang 80% sampel uji. Sampel uji yang lain berukuran lebih dari 1 μm lebih kurang 20%. Hasil ini lebih baik dari uji menggunakan alat SEM dan hampir mendekati hasil uji alat TEM.

SARAN

Disarankan pada penelitian selanjutnya untuk menguji distribusi ukuran serbuk menggunakan alat yang lain. Pada penelitian ini belum bisa dilaksanakan pengukuran dengan alat pembanding yang lain, karena keterbatasan dana penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anonim, 2015. repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/2509 0/4/Chapter20II, diakses 01 April 2015.
- [2] Nurlaela, A., Dewi, S.U., Dahlan, K., dan Soejoko, D.S. 2014. *The Use of Hen's and Duck's Eggshell as Calcium Source to Synthesis*

- Bone Mineral*, Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia 10, hal. 81-85. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.
- [3] Hariharan, M., Varghese, Neethumol, Cherian, A. Benny, Sreenivasan, P.V., Paul, J., Antony, Asmy, K..A.,. 2014. *Synthesis and Characterisation of CaCO₃ (Calcite) Nano Particles from Cockle Shells Using Chitosan as Precursor*, International Journal of Scientific and Research Publications, Volume 4, Issue 10. Kerala, India;
- [4] Yonata, D., Aminah, S., dan Hersoelistyorini, W. 2017. *Kadar Kalsium dan Karakteristik Fisik Tepung Cangkang Telur Unggas dengan Perendaman Berbagai Pelarut*, Jurnal Pangan dan gizi, Volume 7, Nomor 2, hal. 82-93. Semarang: Universitas Muhammadiyah Semarang;
- [5] Hoten, H.V., dkk. 2018. *Parameters Optimization in Manufacturing nanopowder Bioceramics of Eggshell with Pulverisette 6 Machining using Taguchi and ANOVA Method*, International Journal of Engineering Transactions A:Basics, Volume 31, Issue 1, page 45-49, Iran: Materials and Energy Research Center;
- [6] Hoten, H.V., dkk. 2018. *Karakterisasi Serbuk Nano Biokeramik Hasil Proses Ball Milling*, Prosiding Seminar Nasional Energi dan Teknologi 2018, hal. 169-174, Fakultas Teknik UNISMA Bekasi;
- [7] Diansari. V., Sundari I., Deswitri N. 2018. *Gambaran Scanning Electron Microscope (SEM) Mikrostruktur Permukaan Resin Komposit Nanofiler Setelah Perendaman dalam Kopi Arabika Gayo*, Cakradonya Dental Journal, Volume 10, Nomor 2, hal. 96-101, Aceh: Universitas Syiah Kuala
- [8] Nuraeni, W., Daruwati, I., Widayarsi, E.M., Sriyani, M.E. 2013. *Verifikasi Kinerja Alat Particle Size Analyzer (PSA) Horiba LB-550 untuk Penentuan Distribusi Ukuran Nanopartikel*, Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir 2013, hal. 266-271, PTNBR – BATAN Bandung;
- [9] Singh, K. Kishore and Bhattacharjee, Sudipto. 2007. *Study On The Effect Of High Energy Ball Milling (A Nano Material Process) On The Microstructure And Mechanical Properties Of A (Al-Si-Fe-Cu) ALLOY*, Thesis for the degree of bachelor, Rourkela: Department of Metallurgical and Materials Engineering National Institute of Technology
- [10] Islam, Kh. Nurul, Zuki, Md. Bin Abu Bakar, Noordin, Mustapha M., Zobir, Mohd. Bin Hussein, Shazlyn, Norshazlirah Bte Abd Rahman dan Ali, Md. Eaqub. 2011. *Characterisation of calcium carbonate and its polymorphs from cockle shells (Anadara granosa)*, Journal Powder Technology 213, page 188-191, Elsevier;
- [11] Dennyamol, P. V. and Joseph, Rani. 2014. *Morphological Diversity in Nanohydroxyapatite Synthesized from Waste Egg Shell : Verification and Optimization of Various Synthesis Parameters*, The International Journal Of Science & Technoledge, Vol. 2, issue 6, pp 179-185;