

Rancangan Optimasi Parameter Pembuatan Serbuk Super Halus (Nano) Biokeramik pada Mesin Pulverisette 6 Dengan Menggunakan Metode Taguchi Dan ANOVA

Hendri Van Hoten^{1*}, Gunawarman², Ismet Hari Mulyadi², Afdhal
Kurniawan Mainil¹ dan Putra Bismantolo¹

¹Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Bengkulu, Jln. W.R. Supratman
Kandang Limun Bengkulu – 38371A, Indonesia

²Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Andalas, Kampus Unand Limau Manis
Padang, Indonesia

*email: hendri_m00@yahoo.com

Abstrak

Penelitian ini tentang pembuatan serbuk nano biokeramik dari bahan lokal melalui optimasi proses *Ball Milling* untuk aplikasi biomedis. Sumber bahan alam untuk pembuatan obat umumnya berasal dari tanaman, jaringan hewan, struktur mikroba dan dengan perekayasaan biomaterial. Bentuk bahan baku obat tersebut berupa serbuk halus sebelum diracik atau diolah menjadi bentuk bahan sediaan obat. Penelitian ini diarahkan mencari sumber-sumber bahan biomedis yang nantinya dalam skala nano dapat digunakan sebagai serbuk bahan baku obat. Salah satu bahan biomedis yang bisa digunakan sebagai bahan baku obat adalah dari jenis biokeramik yaitu cangkang telur ayam. Penelitian ini akan mengembangkan metode pembuatan material nano dari cangkang telur ayam dengan *Ball Milling* menggunakan metode *Taguchi* dan *ANOVA*. Cangkang telur digiling pada variasi putaran 150, 200 dan 250 rpm, variasi waktu 1, 2 dan 3 jam serta variasi perbandingan antara massa bola penggilingan dengan massa serbuk cangkang telur yaitu 1:6, 1:8, 1:10. Dimana setiap 15 menit penggilingan dilakukan pertukaran arah putaran penggilingan. Sebelum digiling cangkang telur dihaluskan terlebih dahulu dan dipanaskan dengan temperatur 900°C. Setelah digiling dilakukan karakterisasi terhadap material serbuk halus dari cangkang telur ayam broiler menggunakan SEM untuk melihat ukurannya. Hasil penelitian ini baru sampai tahap rancangan optimasi parameter proses *Ball Milling*.

Kata kunci : cangkang telur, *Ball Milling*, serbuk nano, biokeramik, *Taguchi* dan *ANOVA*.

Pendahuluan

Selama ini penyakit yang terjadi pada manusia umumnya diobati dengan menggunakan obat-obatan yang mengandung bahan senyawa kimia yang disebut dengan obat medis (obat sintetik). Obat medis merupakan obat modern yang dibuat dari bahan sintetis atau bahan alam yang diolah secara modern. Sumber atau bahan alam untuk pembuatan obat tersebut umumnya berasal dari tanaman, jaringan hewan, struktur mikroba dan dengan perekayasaan (teknik) biomaterial. Bentuk bahan baku obat-obatan tersebut adalah

berupa serbuk halus sebelum diracik atau diolah lebih lanjut menjadi bentuk sediaan obat (BSO). Dalam ilmu Farmasetika ada banyak bentuk sediaan obat antara lain, serbuk, kapsul, pil, suspensi, larutan dan emulsi [1].

Dalam bidang perekayasaan biomaterial para peneliti mengembangkan teknologi biomedis yang merupakan pengaplikasian teknik dan prinsip teknik dalam bidang medis. Bidang ini menggabungkan kemampuan desain dan pemecahan masalah seorang insinyur dengan ilmu medis dan ilmu biologi di bidang

kedokteran, seperti pengobatan, diagnosa, pengawasan, dan terapi. Salah satu pengaplikasian biomedis ini adalah penanggulangan penyakit, yang mencakup aspek obat-obatan dan peralatan terkait diagnosa dan terapi penyakit [2].

Dalam hal obat-obatan penelitian diarahkan mencari sumber-sumber bahan biomedis yang nantinya dalam skala nano dapat digunakan sebagai serbuk bahan baku obat. Salah satu bahan biomedis yang bisa digunakan sebagai bahan baku obat adalah dari jenis biokeramik. Salah satu bahan biokeramik lokal yang banyak tersedia dan belum termanfaatkan yang menurut peneliti bisa digunakan sebagai bahan baku obat tersebut adalah cangkang telur ayam broiler. Cangkang telur ini banyak terdapat di alam dan terbuang begitu saja tanpa dimanfaatkan. Cangkang telur ayam juga butuh waktu yang lama untuk terurai di alam [3]. Senyawa-senyawa yang terdapat dalam cangkang telur ayam ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan obat-obatan alami. Diantara senyawa kimia yang terkandung dalam telur salah satunya merupakan zat yang mempunyai sifat dapat menetralisir asam yaitu Kalsium karbonat (CaCO_3) [4]. Sehingga senyawa ini dimanfaatkan dalam dunia farmasi sebagai antasida karena kemampuannya menetralisir asam ini, seperti untuk pengobatan penyakit maag. Disamping itu CaCO_3 merupakan senyawa yang paling banyak terkandung dalam cangkang telur ayam mencapai 94-97% [5]. Selain CaCO_3 senyawa-senyawa lainnya yang bermanfaat bagi dunia medis akan digunakan sebagai suplemen ataupun sebagai bahan baku konstruksi tulang. Untuk mendapatkan senyawa-senyawa yang terdapat dalam telur tersebut, maka harus merubahnya menjadi serbuk nano dan di analisa karakterisasinya. Sehingga dapat diketahui senyawa-senyawa mana saja yang dapat dimanfaatkan dan tidak dapat dimanfaatkan.

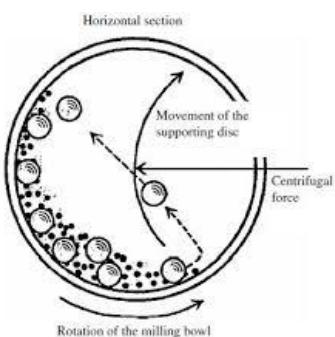
Salah satu peralatan untuk membuat material nano adalah *Ball Mill*.

Selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 1. Alat pada Gambar 1 dinamakan dengan *Planetary Ball Mills* (disebut juga *pulverisette*). Alat ini merupakan *mills* yang sering digunakan dalam eksperimen, dimana beberapa ratus gram serbuk dapat dihasilkan pada suatu waktu dengan alat ini. *Planetary ball mills* sesuai dengan gerakan mangkuknya seperti gerakan planet. Gerakan ini diatur oleh *disk* yang berputar dan mekanisme pemutar khusus yang menyebabkan mereka berputar di sekitar sumbu mereka sendiri. Gaya sentrifugal yang dihasilkan oleh perputaran di sekitar sumbu tersebut dan yang dihasilkan oleh perputaran *disk* yang akan membuat serbuk menggunakan bola gerinda. *Ball mill manufacturing* merupakan salah metode pembuatan material nano dari teknik MM-PM (*mechanical alloying-powder metallurgy*) yaitu menggunakan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding wadahnya. Pada saat sekarang ini para peneliti berusaha untuk menghasilkan material nano dalam jumlah banyak dan dalam range waktu yang sangat singkat [6].

Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan optimasi proses pembuatan material nano dari cangkang telur ayam broiler menggunakan *ball milling* dan pengujian karakterisasi serbuk nano tersebut menggunakan SEM.



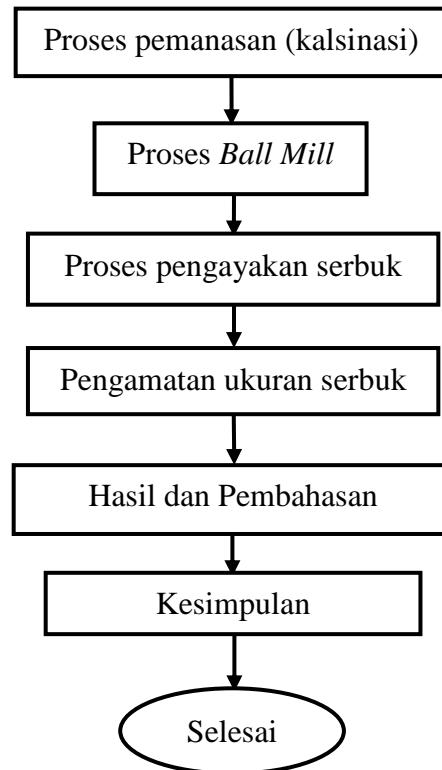
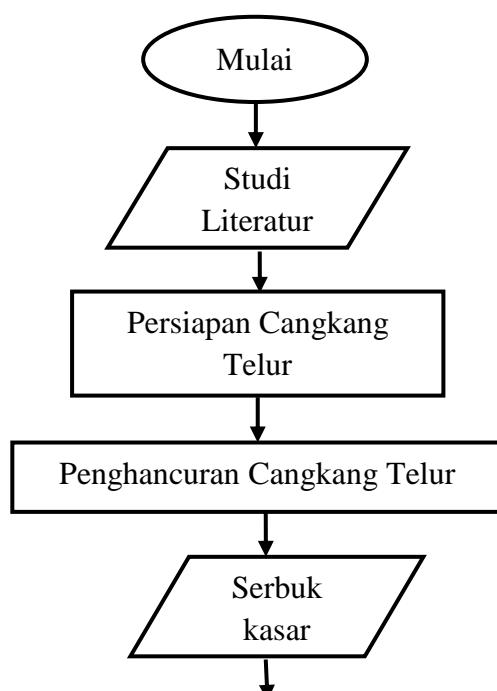
Gambar 1. Urutan proses penelitian yang direncanakan [6].



Gambar 2. Gaya-gaya yang terjadi dalam proses pembuatan nano material pada *Planetary ball mills* [6].

Metodologi

Skema tahap-tahap pelaksanaan penelitian. Pelaksanaan penelitian diawali dengan melakukan studi literatur dan mempersiapkan objek penelitian. Setelah itu baru dilakukan proses penghalusan awal cangkang telur, diayak kemudian dipanaskan. Berikutnya, dilanjutkan proses ball mill dan dikarakterisasi untuk melihat ukuran serbuk tersebut. Skema lengkap penelitian berupa langkah kerja yang dimulai dari studi literatur sampai dengan mendapatkan kesimpulan dapat dilihat pada Gambar 3.



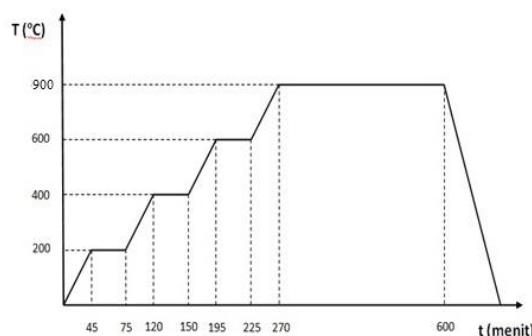
Gambar 3. Urutan proses penelitian yang direncanakan.

Hasil dan Pembahasan

Persiapan bahan. Penyiapan bahan penelitian didahului dengan pengambilan cangkang telur ayam broiler. Pertama-tama cangkang telur ayam tersebut dibersihkan dengan menggunakan air mengalir. Setelah itu dilanjutkan menggunakan aquades dan kemudian dijemur selama 3 hari dibawah sinar matahari. Hal ini bertujuan untuk mengurangi kadar air sampel tersebut. Cangkang telur ayam yang sudah bersih dan kering dihancurkan menggunakan mesin Blender sehingga terbentuk serbuk kasar. Selanjutnya serbuk kasar di kalsinasi.

Proses pemanasan (kalsinasi). Pemanasan bertujuan untuk menghilangkan komponen organik dan kuman-kuman yang berada pada serbuk. Dari beberapa penelitian terdahulu umumnya menggunakan temperatur pemanasan sekitar 900°C [7,8]. Pada temperatur ini

diharapkan yang tertinggal hanya unsur yang bermanfaat saja seperti Kalsium (Ca), Oksigen (O) dan Fosfor (P). Ketiga unsur tersebut merupakan unsur yang digunakan untuk membentuk hidroksiapatit. Pada penelitian ini direncanakan proses pemanasan terhadap cangkang telur ayam dilakukan secara bertahap selama 10 jam seperti terlihat pada Gambar 4. Pada Gambar 4 ditunjukkan kurva proses pemanasan mulai dari temperatur kamar $\pm 27^\circ\text{C}$ menuju 200°C selama 45 menit, kemudian di *holding* selama 30 menit, seperti itu seterusnya sampai temperatur 900°C . Setelah itu di *holding* selama $\pm 5,5$ jam. Hal ini bertujuan agar partikel serbuk betul-betul dipanaskan secara sempurna pada temperatur ini.



Gambar 4. Kurva proses pemanasan (kalsinasi) pada serbuk cangkang telur (Temperatur 900°C).

Proses pemanasan serbuk cangkang telur ayam ini dilakukan pada *stove* atau *oven* yang terekspos udara dengan merek Nabertherm P320 seperti yang terlihat pada Gambar 5. Sebelum proses kalsinasi dilakukan, bagian dalam *oven* dihemuskan udara bertekanan dengan menggunakan kompresor untuk mensterilkan bagian dalamnya dari gas dan kontaminan. Setelah itu serbuk cangkang telur ayam dimasukkan ke dalam oven.



Gambar 5. Nabertherm P320.

Proses Ball Mill. Proses ini dilakukan untuk membentuk serbuk cangkang telur ayam hingga berukuran halus. Proses *ball mill* pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Mesin Universitas Andalas dan menggunakan mesin bernama Pulverisette 6 Classic Line Fritsch Planetary Mono Mill seperti yang terlihat pada Gambar 6 [9].

Variasi parameter pada proses *ball mill* untuk serbuk cangkang telur adalah kecepatan putaran (*n*) 150, 200 dan 250 rpm, variasi waktu penggilingan (*t*) 1, 2 dan 3 jam, dimana setiap 15 menit diubah arah putarannya serta variasi rasio berat bola terhadap serbuk (*Ball to Powder Ratio* atau *BPR*) 1:6, 1:8, 1:10. Kombinasi variasi percobaan dianalisis dengan Metode Taguchi dan ANOVA menggunakan Perangkat Lunak (*Software*) Minitab16. Bola penghancur dan wadahnya menggunakan material *Stainless Steel*. Sebelum proses *ball mill* dimulai, berat mangkuk gilingan yang berisikan bola-bola penggiling dan serbuk ditimbang terlebih dahulu. Hasil berat tersebut selanjutnya menjadi bahan pengaturan untuk *counterweight* yang menyatu pada piringan pendukung putaran.

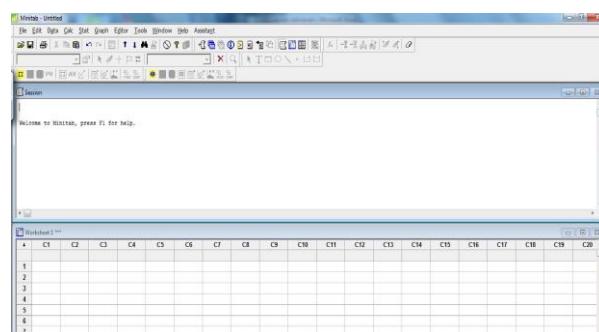


Gambar 6. Fritsch Planetary Mono Mill.

Prosedur Penerapan Metode Taguchi.
Langkah – langkah di dalam menjalankan program statistik dengan metode taguchi dan ANOVA untuk dapat mengoptimasi parameter proses *Ball Mill* menggunakan *Software Minitab16* adalah:

1. Buka *Software Minitab16*

Langkah pertama yang dilakukan adalah membuka *Software Minitab16*. Menu utama perangkat lunak ini dapat dilihat pada Gambar 7. Di dalam menu utama terdapat banyak pilihan aplikasi statistik untuk melakukan perhitungan, optimasi, pembuatan grafik, dan lain – lain.

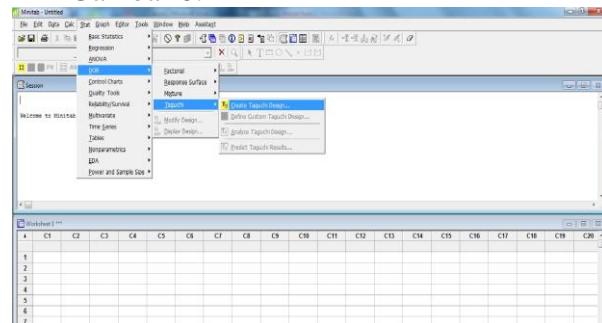


Gambar 7. Menu utama Minitab16.

2. Pemilihan metode Taguchi

Setelah membuka menu utama selanjutnya adalah membuka menu

Start>DOE>Taguchi>create taguchi design. Langkah ini digunakan untuk pemilihan metode Taguchi. Selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Langkah membuat Taguchi design.

3. Pemilihan matrik orthogonal array

Setelah membuka create taguchi design langkah selanjutnya adalah pembuatan metode matrik orthogonal array L9(3^4) dengan cara setting faktor utama dan level pengujian. Faktor dan level dapat dilihat pada tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1. Faktor dan level proses *Ball Mill* serbus cangkang telur ayam untuk pembuatan matrik pengujian

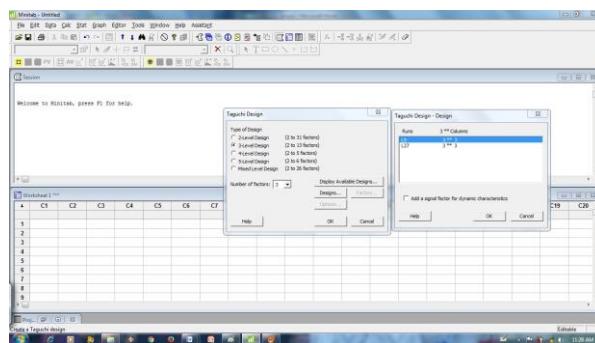
No	Faktor	Level		
1	Laju penggilingan (rpm)	150	200	250
2	Waktu penggilingan (jam)	1	2	3
3	BPR	1 : 6	1 : 8	1 : 10

Langkah selanjutnya adalah menginput data faktor dan level ke dalam taguchi design untuk membuat matrik orthogonal array. Matrik dapat dilihat pada tabel 2 di bawah ini. Dimana setiap 1 level percobaan akan dilaksanakan 2 kali.

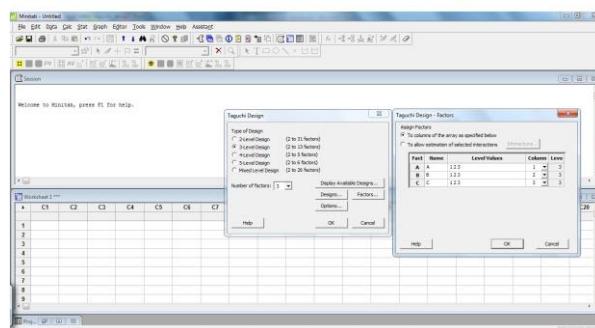
Tabel 2. Matrik Orthogonal array percobaan

No	Laju penggilingan (rpm)	Waktu penggilingan (jam)	BPR
1	150	1	1 : 6
2	150	2	1 : 8
3	150	3	1 : 10
4	200	1	1 : 8
5	200	2	1 : 10
6	200	3	1 : 6
7	250	1	1 : 10
8	250	2	1 : 6
9	250	3	1 : 8

Gambar 8 menunjukkan langkah untuk membuat matrik orthogonal array pada Minitab16 dengan menggunakan taguchi design. Sedangkan Gambar 9 menunjukkan input data faktor dan level pengujian.



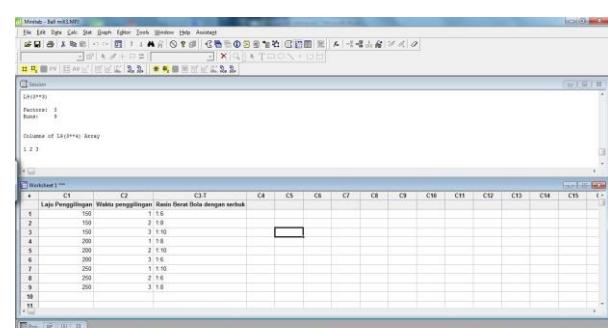
Gambar 8. Pemilihan matrik orthogonal array.



Gambar 9. Input faktor dan level pengujian.

4. Penerapan pengujian menggunakan matrik orthogonal array

Hasil Input faktor dan level pengujian dapat dilihat pada Gambar 10. Setelah semua faktor dan level dimasukkan ke dalam *command* taguchi design langkah selanjutnya adalah menerapkan metode yang digunakan untuk melakukan proses *Ball Mill* dengan tujuan mendapatkan serbuk yang berukuran super halus (nano).



Gambar 10. Hasil matrik orthogonal array.

Proses Pengayakan. Proses ini bertujuan untuk mengukur nomor kehalusan dari serbuk cangkang telur ayam hasil proses *ball mill*. Proses pengayakan ini dilakukan menggunakan mesin ayakan getar dengan merk Retsch seperti yang terlihat pada Gambar 11. Proses pengayakan ini mengikuti standar ASTM E11 dengan menggunakan sieve ayakan bernomor 35, 60 120 dan 230. Parameter yang digunakan untuk serbuk ini adalah waktu pengayakan selama 10 menit dan amplitudo getaran sebesar 80.



Gambar 11. Mesin ayakan getar merk Retsch.

Karakterisasi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM). Penggunaan SEM bertujuan untuk mengamati distribusi ukuran dan morfologi dari serbuk cangkang telur ayam. Sebelum sampel dimasukkan ke dalam *specimen chamber*, sampel dipreparasi terlebih dahulu dengan menempelkan serbuk pada *double carbon tape* yang telah tertempel pada *holder*. 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.

Panduan penggunaan SEM pada serbuk cangkang telur ayam ini digolongkan kepada low vacuum SEM dengan parameter voltase sebesar 5 kV, objective aperture 4 dan jarak kerja (working distance) sebesar 5 mm. Perbesaran yang digunakan pada proses SEM sebagai bahan pengolahan data adalah perbesaran 100 kali. SEM yang digunakan dalam penelitian ini bermerek Hitachi S 3400 seperti yang terlihat pada Gambar 12 dan bertempat di Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Mesin Universitas Andalas.



Gambar 12. SEM Hitachi S 3400.

Analisis data hasil SEM.

1. Input data hasil pengujian ke dalam taguchi design
Setelah melakukan pengujian dengan 2 kali percobaan pada setiap satu level, maka didapatkan harga masing - masing ukuran serbuk nano dengan menggunakan SEM. Langkah selanjutnya adalah menginput data pengujian ke dalam taguchi design untuk melakukan analize taguchi design dari kedua data tersebut, sehingga di dapatkan data S/N ratio, Mean, dan grafik analisis.
2. Membuat Analisis Anova General linier Model
Pada tahap ini bertujuan menganalisa pengaruh ukuran serbuk nano terhadap level dan faktor utama sehingga didapatkan persen kontribusi dari masing-masing parameter.

Kesimpulan

Penelitian ini baru sampai pada tahap rancangan proses pelaksanaan. Hal ini diawali dari persiapan sampel cangkang telur ayam sampai pemeriksaan ukuran sampel. Selanjutnya penelitian ini akan dilaksanakan sesuai dengan rancangan tersebut.

Referensi

- [1] Information on
http://citra-dewi-ff13.web.unair.ac.id/artikel_detail-86643-newbie%20pharmacist-bentuk%20sediaan%20obat.html
(diakses 01 april 2015)
- [2] Information on
http://www.prospects.ac.uk/biomedica_l_engineer_job_description.htm,
(diakses 01 April 2015)
- [3] Information on

- repository.usu.ac.id/bitstream/123456
789/25090/4/Chapter%20II, (diakses
01 April 2015)
- [4] Information on
repository.usu.ac.id/bitstream/123456
789/16191/4/Chapter%20II, diakses 01
April 2015.
- [5] A.Nurlaela, S.U. Dewi, K. Dahlan,
D.S. Soejoko: submitted to Jurnal
Pendidikan Fisika Indonesia 10, UIN
Syarif Hidayatullah, Jakarta, 2014, pp.
hal. 81-85
- [6] Kaushal Kishore Singh and Sudipto
Bhattacharjee, thesis for the degree of
bachelor, Department of Metallurgical
and Materials Engineering National
Institute of Technology, Rourkela,
2007
- [7] E. Mosaddegh, A.Hassankhani:
submitted to Chinese Journal of
Catalysis 35 (2014), pp. 351–356
- [8] Nor Adzliana Sajahan and Wan Mohd
Azhar Wan Ibrahim: The Scientific
World Journal (2014)
- [9] J.C. Hillera, T.J.U. Thompson, M.P.
Evison, A.T. Chamberlain, T.J.Wess:
Biomaterials 24 (2003), pp. 5091–5097