

**EFEK TEMPERATUR TINGGI PADA KESTABILAN FASA
DAN PERUBAHAN STRUKTUR MIKRO KALSIUM
PIROFOSFAT BERBAHAN DASAR LIMBAH KERANG
DENGAN PENAMBAHAN ALUMINA DAN ZIRKONIA**

TESIS



FAISAL AKBAR

NIM : 55817120001

**UNIVERSITAS
MERCU BUANA**

PROGRAM STUDI MAGISTER TEKNIK MESIN

PROGRAM PASCASARJANA

UNIVERSITAS MERCU BUANA

2020

LEMBAR PENGESAHAN

Judul : Efek Temperatur Tinggi Pada Kestabilan Fasa dan Perubahan Struktur Mikro Kalsium Pirofosfat Berbahan Dasar Limbah Kerang Dengan Penambahan Alumina dan Zirkonia

Tesis : Penelitian

Nama : Faisal Akbar

NIM : 55817120001

Program : Magister Teknik Mesin

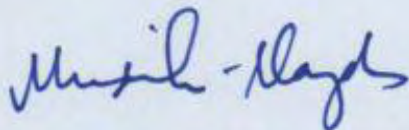
Tanggal : 30 April 2020

Mengesahkan

Pembimbing

UNIVERSITAS
MERCU BUANA
Alfian Noviyanto, Ph.D.

Direktur Program Pascasarjana Ketua Program Studi Magister Teknik Mesin



(Prof. Dr.-Ing Mudrik Alaydrus)



(Sagir Alva, Ph.D.)

PERNYATAAN SIMILARITY CHECK

Saya yang bertanda tangan di bawah ini menyatakan, bahwa karya ilmiah yang ditulis oleh

Nama : FAISAL AKBAR

NIM : 55817120001

Program Studi : Magister Teknik Mesin Universitas Mercu Buana

Dengan judul

“EFEK TEMPERATUR TINGGI PADA KESTABILAN FASA DAN PERUBAHAN STRUKTUR MIKRO KALSIMUM PIROFOSFAT BERBAHAN DASAR LIMBAH KERANG DENGAN PENAMBAHAN ALUMINA DAN ZIRKONIA”.

Telah dilakukan pengecekan similarity dengan system Turnitin pada tanggal 27 februari 2020, didapatkan nilai persentase sebesar 23%.

UNIVERSITAS
MERCU BUANA

Jakarta,

Administrator Turnitin



Arie Pangudi, A.Md

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa semua pernyataan dalam tesis ini :

Judul : Efek Temperatur Tinggi Pada Kestabilan Fasa dan Perubahan Struktur Mikro Kalsium Pirofosfat Berbahan Dasar Limbah Kerang Dengan Penambahan Alumina dan Zirkonia
Tesis : Penelitian
Nama : Faisal Akbar
NIM : 55817120001
Program : Magister Teknik Mesin
Tanggal : 30 April 2020

Merupakan hasil penelitian dan merupakan karya saya sendiri dengan bimbingan Dosen Pembimbing yang ditetapkan dengan Surat Keputusan Program Studi Magister Teknik Mesin Pascasarjana Universitas Mercu Buana.

Tesis ini belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar magister pada program sejenis di perguruan tinggi lain. Semua informasi, data, dan hasil pengolahan data yang disajikan, telah dinyatakan secara jelas sumbernya dan dapat diperiksa kebenarannya.

Jakarta, 30 April 2020



Faisal Akbar

ABSTRAK

Kalsium Pirofosfat (CPP: $Ca_2P_2O_7$) adalah biomaterial yang berbasis kalsium fosfat yang telah digunakan secara luas dalam bidang medis seperti perbaikan dan penggantian jaringan tulang yang rusak. Secara kimiawi CPP sangat mirip dengan komponen mineral tulang dan gigi manusia. Namun, kekuatan mekanik yang rendah pada material berbasis kalsium fosfat menjadi masalah yang harus diselesaikan. Tambahkan zat penguat berupa ZrO_2 dan Al_2O_3 diperlukan untuk untuk mendapatkan fase matriks dan juga fase penguatan dalam penerapan bioimplant karena biokompatibilitas yang superior, ketahanan oksidasi dan ketahanan haus. Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah sintesis CPP dari limbah cangkang menggunakan metode solvothermal dan menguji stabilitasnya pada suhu tinggi dengan penambahan ZrO_2 dan Al_2O_3 . Limbah cangkang kerang hijau dan kerang darah digunakan sebagai bahan baku Kalsium Karbonat ($CaCO_3$) kemudian dirubah menjadi Kalsium Oksida (CaO) dengan cara mengkalsinasi pada temperatur 1000 °C selama 2 jam. Selanjutnya, CaO dicampur dengan Asam Fosfat (H_3PO_4) pada proses *solvothermal* guna mendapatkan fasa metastabil Dikalsium Fosfat ($CaHPO_4$). Fasa akhir CPP diperoleh dengan cara memanaskan serbuk $CaHPO_4$ pada temperatur 800 °C selama 2 jam dan kondisi atmosfer biasa. Proses pencampuran komposit dan sintesis CPP menggunakan metode *High Energy Milling* dengan *Ball Powder Ratio* sebesar 5:1 selama 30 menit kemudian diberikan perlakuan panas pada temperatur 1000 °C selama 1 jam. Hasil XRD menunjukkan bahwa tiap material campuran mengalami dekomposisi menjadi CaO dan CaO_2 serta mendapatkan produk sampingan berupa *calcium aluminate* dan *calcium zirconium oxide*, yang dibentuk oleh reaksi antara CPP dan ZrO_2/Al_2O_3 . Oleh karena itu CPP tidak stabil pada temperatur 1000 °C dengan penambahan ZrO_2/Al_2O_3 . Namun kami menemukan bahwa ukuran partikel CPP dengan penambahan Al_2O_3 menurun menjadi $1,087 \pm 0,6 \mu m$ dibandingkan dengan ukuran awalnya yaitu $1,5 \pm 0,8 \mu m$.

Katakunci: Kalsium pirofospat, Alumina, Zirkonia, High Energy Milling,

ABSTRACT

Calcium Pyrophosphate (CPP: $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) is a family of calcium phosphate based biomaterial that has been used extensively in the medical field such as repair and replacement of damaged bone tissue. CPP is chemically very similar to the mineral components of bone and human teeth. However, poor mechanical properties in materials made from calcium phosphate is a problem that must be solved. Additional reinforcement agents such as ZrO_2 and Al_2O_3 are needed to obtain the matrix phase and also the strengthening phase in the application of bioimplant due to superior biocompatibility, oxidation resistance and wear resistance. Therefore, the objective of this study is synthesis of CPP from shells and its stability at high-temperature with the addition of ZrO_2 and Al_2O_3 . Waste of green shells and blood shells is used as raw material for Calcium Carbonate (CaCO_3) then turned into Calcium Oxide (CaO) by calcination at $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Afterthat, CaO powder mixed with Phosphoric Acid (H_3PO_4) in the solvothermal process to obtain the metastable phase of Dikalsium Phosphate (CaHPO_4). The final phase of CPP obtained by heating the CaHPO_4 powder at $800\text{ }^\circ\text{C}$ for 2 hours and ordinary atmosphere conditions. The process of mixing the composite and syntesis CPP using the High Energy Milling with the Ball to Powder Ratio was 5: 1 for 30 minutes followed by heat treatment at $1000\text{ }^\circ\text{C}$ for 1 hour. The XRD results showed that each mixture material decomposed into CaO and CaO_2 as well as calcium aluminate and calcium zirconium oxide, which is formed by the reaction between CPP and $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Hence, the CPP is not stable at $1000\text{ }^\circ\text{C}$ with the addition of $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. However, we found that the particle size of CPP with the addition of Al_2O_3 decreased to $1.087 \pm 0.6\text{ }\mu\text{m}$ compared to initial $1.5 \pm 0.8\text{ }\mu\text{m}$.

Keywords: Calcium pyrophosphate, Alumina, Zirconia, High Energy Milling.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr. Wb.

Puji dan syukur kehadirat Tuhan yang maha esa atas segala karunia rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penyusunan tesis ini dapat selesai. Penulisan tesis ini dimaksudkan untuk memenuhi sebagian dari persyaratan guna memperoleh gelar Magister Teknik Mesin pada Program Pasca Sarjana Universitas Mercu Buana, disamping manfaat yang mungkin dapat disumbangkan dari hasil penelitian ini kepada pihak yang berkepentingan.

Penulisan tesis ini merupakan kesempatan yang berharga sekali untuk mencoba menerapkan beberapa teori yang diperoleh selama duduk di bangku kuliah dalam situasi dunia nyata. Banyak pihak yang telah dengan tulus ikhlas memberikan bantuan, baik itu melalui kata-kata ataupun dorongan semangat untuk menyelesaikan penulisan tesis ini. Ucapan terima kasih khusus disampaikan kepada Bapak Alfian Noviyanto, Ph.D, selaku dosen pembimbing tesis yang penuh kesabaran telah memberikan dorongan dan bimbingan selama penyelesaian tesis ini. Pada kesempatan ini pula penulis menyampaikan rasa terima kasih disertai penghargaan yang setinggi-tingginya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Ngadino Surip, Rektor Universitas Mercu Buana (UMB) Jakarta.
2. Bapak Sagir Alva, Ph.D. selaku Ketua Program Studi Magister Teknik Mesin Universitas Mercu Buana yang telah memberikan kesempatan untuk mengikuti perkuliahan di Program Magister Teknik Mesin Universitas Mercu Buana.
3. Seluruh Dosen dan staf administrasi pada Program Pascasarjana Magister Teknik Mesin Universitas Mercu Buana yang telah memberikan ilmu melalui suatu kegiatan belajar mengajar dengan dasar pemikiran analitis dan pengetahuan yang lebih baik.
4. Semua pihak yang tidak peneliti sebutkan namanya satu persatu yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan Tesis ini.

Selain kepada pribadi-pribadi di atas, penulis ingin pula menorehkan catatan dan terima kasih khusus kepada: Istri tercinta, serta untuk kedua orang tua ku yang telah memberikan semangat, dorongan moral dan material kepada penulis dalam membantu untuk menyelesaikan studi ini, serta saudara dan teman-teman sekalian. Hanya doa yang dapat penulis panjatkan semoga Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas semua kebbaikannya. Akhir kata, semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi pihak yang berkepentingan.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa baik dalam pengungkapan, penyajian dan pemilihan kata-kata maupun pembahasan materi tesis ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu dengan penuh kerendahan hati penulis mengharapkan saran, kritik dan segala bentuk pengarahan dari semua pihak untuk perbaikan tesis ini.

Akhirnya semoga Tesis ini dapat bermanfaat bagi pihak-pihak untuk membacanya.

Terima Kasih,



Jakarta, 30 April 2020

UNIVERSITAS
MERCU BUANA

FAISAL AKBAR

DAFTAR ISI

Halaman Judul.....	i
Lembar Pengesahan.....	ii
Lembar Similarity Check.....	iii
Lembar Pernyataan.....	iv
Abstrak.....	v
Kata Pengantar.....	vii
Daftar Isi.....	ix
Daftar Gambar.....	xi
Daftar Tabel.....	xii
Daftar Lampiran.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang Masalah Penelitian.....	1
1.2. Identifikasi Masalah dan Perumusan Masalah Penelitian.....	4
1.2.1. Identifikasi Masalah Penelitian.....	4
1.2.2. Batasan Masalah.....	5
1.2.3. Perumusan Masalah.....	5
1.3. Tujuan Penelitian dan Manfaat Penelitian.....	6
1.3.1. Tujuan Penelitian.....	6
1.3.2. Manfaat Penelitian.....	7
BAB II KAJIAN PUSTAKA	
2.1. Kajian Pustaka.....	8
2.1.1. Biomaterial.....	8
2.1.2. Biokompatibel.....	9
2.1.3. Biodegradable.....	9
2.1.4. Kalsium Fosfat.....	10
2.1.5. Cangkang Kerang.....	11
2.1.6. Solvothermal.....	14
2.1.7. High Energy Milling.....	16
2.1.8. Scanning Electro Microscope.....	18
2.1.9. X-ray fluorescence (XRF).....	21
2.1.10. X-Ray Diffraction (XRD).....	24
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1. Tempat dan Waktu.....	30
3.2. Alur Kerja Penelitian.....	31
3.3. Uraian Prosedur.....	32
3.3.1. Preparasi Limbah Cangkang Karang.....	32

3.3.2. Proses XRF Serbuk CaO Cangkang Kerang.....	32
3.3.3. Proses XRD Serbuk CaO Cangkang Kerang	32
3.3.4. Proses Sintesis Kalsium Pirofosfat	33
3.3.5. Karakterisasi CPP	33
3.3.6. Proses Mixing Komposit ZrO_2/Al_2O_3 dengan Sintesis CPP.....	34
3.3.7. Proses Pemberian Heat Treatment	34
3.3.8. Karakterisasi Serbuk CPP ZrO_2/Al_2O_3 Dengan XRD Dan SEM.....	34
3.4. Alat dan Bahan Penelitian	35
3.4.1. Alat Penelitian.....	35
3.4.2. Bahan Penelitian.....	36
3.5. Teknik Analisa Data	36
3.5.1. Analisa Data XRD.....	36
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
4.1. Hasil XRF Serbuk Cangkang Kerang	41
4.2 Hasil Sintesis CPP Serbuk Cangkang Kerang	42
4.3. Karakteristik Sintesis CPP Menggunakan SEM.....	45
4.4. Hasil Analisa Kestabilan Sintesis CPP Dengan Penambahan ZrO_2/Al_2O_3	46
4.5 Karakteristik Sintesis CPP Menggunakan SEM	49
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan	51
5.2 Saran.....	52
Daftar Pustaka.....	54
LAMPIRAN	61

DAFTAR GAMBAR

No. Gambar	Uraian	Halaman
2.1.	Morfologi Cangkang Kerang	13
2.2.	Blok Diagram SEM.....	20
2.3.	Skema interaksi antara bahan dan elektron di dalam SEM.....	21
2.4.	Spektrum Energi Sinar-X Karakteristik Dalam Bahan	22
2.5.	Proses Terjadinya Sinar X	23
2.6.	Skema Spektrometer XRF	24
2.7.	Proses Difraksi Sinar X	27
2.8.	<i>Full With Half Maximum</i>	28
3.1	<i>Flow Chart</i> Penelitian	31
3.2	Grafik XRD yang Tidak Cocok Dengan Referensinya.....	38
3.3.	Grafik XRD yang Cocok Dengan Referensinya	38
3.4.	Grafik Unit Sel.....	39
3.5	Grafik XRD Lebar Puncak Fraksi.....	40
3.6	Komposisi Penyusun Fasa.....	40
4.1	Pola XRD kerang (a) setelah kalsinasi, dan setelah solvothermal (b) kerang hijau dan (c) kerang darah	43
4.2	Pola XRD setelah solvothermal dan pemanasan (a) kerang hijau dan (b) kerang darah.....	44
4.3	SEM dari kerang setelah pemanasan (a) kerang hijau dan (b) kerang darah.....	45
4.4	Pola XRD (a) Sintesis CPP kerang (b) CPP dengan 5 % Al_2O_3 dan (c) CPP dengan 10 % Al_2O_3	46
4.5	Pola XRD (a) Sintesis CPP kerang (b) CPP dengan 5 % ZrO_2 dan (c) CPP dengan 10 % ZrO_2	48
4.6	SEM dari serbuk (a) CPP sintesis kerang, (b) CPP dengan 5 % Al_2O_3 (c) CPP dengan 10 % Al_2O_3 (d) CPP dengan 5 % ZrO_2 dan (e) CPP dengan 10 % ZrO_2	49

DAFTAR TABEL

No. Tabel	Uraian	Halaman
2.1.	Jenis Senyawa Kalsium Fosfat.....	10
3.1.	<i>Timeline</i> Penelitian.....	30
3.2.	Komposisi Camouran CPP.....	34
4.1	Hasil Analisa Unsur Menggunakan XRF.....	41
4.2	Hasil Pengukuran Partikel Tiap Campuran CPP.....	50



DAFTAR LAMPIRAN

No. LAMP	Uraian	Halaman
2.1.	LAMPIRAN	10

