

**KARAKTERISASI MEKANIK PRODUK BIOMATERIAL  
KOMPOSIT BERBASIS HIDROKSIAPATIT LIMBAH  
TULANG SAPI HASIL PROSES *SELF-PROPAGATING  
INTERMEDIATE TEMPERATURE SYNTHESIS* (SIS)**

**SKRIPSI**

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan  
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh:

**DZIKRI HAIKAL**  
3334170089

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA  
CILEGON BANTEN**

**2023**

LEMBAR PENGESAHAN

**KARAKTERISASI MEKANIK PRODUK BIOMATERIAL  
KOMPOSIT BERBASIS HIDROKSIAPATIT LIMBAH  
TULANG SAPI HASIL PROSES *SELF-PROPAGATING  
INTERMEDIATE TEMPERATURE SYNTHESIS* (SIS)**

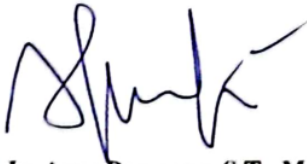
SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan  
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui untuk Jurusan Teknik Metalurgi oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II



**Prof. Ir. Agus Pramono, S.T., M.T., Ph.D**  
NIP. 197608182008011012



**Dr. Deni Shidqi Khaerudini, S.Si, M.Eng.**  
NIP. 198006142005021002

LEMBAR PERSETUJUAN

**KARAKTERISASI MEKANIK PRODUK BIOMATERIAL  
KOMPOSIT BERBASIS HIDROKSIAPATIT LIMBAH  
TULANG SAPI HASIL PROSES *SELF-PROPAGATING*  
*INTERMEDIATE TEMPERATURE SYNTHESIS* (SIS)  
SKRIPSI**

Disusun dan diajukan oleh:

**DZIKRI HAIKAL**

**3334170089**


Telah disidangkan didepan dewan penguji pada tanggal

**5 Juli 2023**

Susunan Dewan Penguji

Tanda Tangan

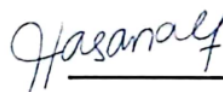
Penguji I : **Prof. Ir. Agus Pramono, S.T., M.T., Ph.D.**



Penguji II : **Dr. Deni Shidqi Khaerudini, S.Si, M.Eng.**



Penguji III : **Indah Uswatun Hasanah, S.Si., M.T.**



Skrripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

Mengetahui  
Ketua Jurusan Teknik Metalurgi



**Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc.**  
NIP. 197804102003121001

## LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis Skripsi berikut:

Judul : Karakterisasi Mekanik Produk Biomaterial Berbasis  
Komposit Limbah Tulang Sapi Hasil Proses *Self-  
Propagating Intermediate Temperature Synthesis* (SIS)  
Nama Mahasiswa : Dzikri Haikal  
NIM : 3334170089  
Fakultas : Teknik

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi di atas adalah benar-benar hasil karya saya sendiri dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggung jawabkan. Apabila di kemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar pernyataan ini.

Cilegon, 5 Juli 2023



**DZIKRI HAIKAL**

NIM. 3334170089

## ABSTRAK

<sup>3</sup> Berdasarkan data pada Badan Pusat Statistik pada tahun 2022 menyatakan bahwa produksi daging sapi mencapai 436,7 ton di Indonesia. Berdasarkan hal ini menunjukkan bahwa limbah yang dihasilkan dari produksi daging sapi ini cukup banyak, limbah hasil sisa pemrosesan sapi terdapat limbah tulang yang mengandung hidroksiapatit (HAp). HAp sendiri berpotensi menjadi sumber hidroksiapatit yang berguna untuk aplikasi biomedik. Hidroksiapatit memiliki biokompatibilitas yang cukup baik. Limbah aluminium juga sering kita temui, yaitu pada limbah minuman kaleng. Kandungan aluminium pada kaleng minuman cukup tinggi yaitu di atas 90% namun masih memiliki pengotor (*impurities*), maka harus dihilangkan pengotornya terlebih dahulu yaitu dengan cara melakukan *fluxing* menggunakan senyawa KCl dan NaCl. Hidroksiapatit yang diperoleh dari limbah tulang sapi dihaluskan hingga berukuran 200 mesh, begitu pula dengan aluminium limbah kaleng dihaluskan hingga 200 mesh. Dengan penambahan serbuk magnesium berukuran 200 mesh serta serbuk titanium berukuran 200 mesh, setelah itu sampel dicampur dan dikompaksi dengan tekanan 171 MPa. Setelah sampel menjadi padat, metode SIS kemudian dilakukan pada temperatur 850°C selama 2 jam dengan menggunakan cetakan khusus yaitu cetakan ST 41. Berdasarkan hasil analisa data sifat mekanik komposit berbasis hidroksiapatit tulang sapi, dengan logam aluminium kaleng, magnesium dan titanium didapat nilai kekerasan Vickers dan nilai kuat tekan tertinggi yaitu pada komposisi titanium 20 wt.% sebesar 48,8 HV dan 33,58 MPa.

**Kata Kunci:** Tulang Sapi, Kaleng Aluminium, *Fluxing*, SIS, sifat mekanik

## KATA PENGANTAR

Puji syukur diucapkan kepada Allah SWT atas Rahmat-Nya yang melimpah, serta karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan laporan skripsi ini. Penyusunan laporan skripsi ini dibuat untuk salah satu syarat kelulusan sebagai Sarjana Teknik Metalurgi di Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Penulis menyadari memerlukan arahan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc selaku Ketua Jurusan Teknik Metalurgi.
2. Bapak Prof. Ir. Agus Pramono, S.T., M.T., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing I saya yang telah memberikan bimbingan dalam menyusun laporan skripsi ini dan Bapak Dr. Deni Shidqi Khaerudini, S.Si, M.Eng. selaku Pembimbing II pada penelitian ini.
3. Kedua orang tua serta kedua kakak penulis yang tidak hentinya memberikan motivasi, dukungan serta doa.
4. Teman-teman Kontrakan Pelangi.
5. Partner penelitian penulis yaitu Imron Yusfi atas dukungan dan bantuannya selama penelitian.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan skripsi ini masih terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis menerima segala kritik dan saran yang bersifat membangun. Penulis berharap semoga laporan skripsi ini dapat berguna sebagai acuan penelitian bagi penulis, bagi rekan-rekan mahasiswa maupun pihak lainnya.

Cilegon, 5 Juli 2023

Dzikri Haikal

3334170089

77  
**DAFTAR ISI**

	<b>Halaman</b>
Kata Pengantar .....	i
Daftar Tabel .....	ii
Daftar Gambar .....	iii
<b>Bab I</b> Pendahuluan	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah Penelitian .....	5
1.5 Sistematika Penulisan .....	6
<b>Bab II</b> Tinjauan Pustaka	
2.1 Biomaterial .....	7
2.2 Komposit Material .....	10
2.3 Komposit Biomaterial .....	12
2.4 Tulang Sapi .....	15
2.5 Hidroksiapatit .....	17
2.6 <i>Self Propagating Intermediate Temperature Synthesis</i> .....	20
2.7 Limbah Kaleng Aluminium .....	22
2.8 <i>Fluxing</i> .....	23
2.9 Aluminium .....	27

2.10	Aluminium dan Paduan .....	31
2.11	Magnesium .....	33
2.12	Titanium .....	34

### Bab III Metode Penelitian

3.1	Diagram Alir .....	36
3.2	Alat dan Bahan .....	39
3.2.1	Alat .....	39
3.2.2	Bahan .....	40
3.3	Prosedur Penelitian .....	41
3.3.1	Preparasi dan Kalsinasi Limbah Tulang Sapi .....	41
3.3.2	Preparasi dan <i>Fluxing</i> Limbah Kaleng Aluminium .....	42
3.3.3	Pembuatan Sampel SIS .....	44
3.3.4	Prosedur Pengujian Sampel .....	46

### Bab IV Hasil dan Pembahasan

4.1	Preparasi dan Karakterisasi Limbah Tulang Sapi dan Kaleng Aluminium .....	53
4.2	Hasil Penelitian .....	57
4.3	Pengaruh Komposisi dan Jenis Aluminium Terhadap Nilai Kekerasan .....	59
4.4	Pengaruh Komposisi dan Jenis Aluminium Terhadap Nilai Kuat Tekan .....	61
4.5	Hasil Analisa Mikroskop Optik .....	63
4.6	Optimasi Penelitian Menggunakan Simulasi <i>Response Surface Methodology</i> (RSM) .....	66
4.7	Struktur Mikro Menggunakan <i>Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> .....	69



## Bab V Kesimpulan dan Saran

5.1 Kesimpulan .....	76
5.2 Saran.....	76
Daftar Pustaka .....	77
Lampiran A. Perhitungan .....	83
Lampiran B. Data Hasil Penelitian.....	88
Lampiran C. Gambar Alat dan Bahan.....	92

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>	<b>Halaman</b>
<b>Tabel 2.1</b> Sifat Mekanik Biomaterial <i>Artificial Hip Joints</i> .....	10
<b>Tabel 2.2</b> Komposisi Kimia Tulang Sapi .....	17
<b>Tabel 2.3</b> Karakterisasi Material <i>Flux</i> .....	24
<b>Tabel 2.4</b> Sifat Fisik Aluminium .....	30
<b>Tabel 2.5</b> Komposisi Paduan Aluminium Kaleng Minuman .....	33
<b>Tabel 4.1</b> Hasil XRF Limbah Kaleng Aluminium dan Aluminium Hasil <i>Fluxing</i> .....	56
<b>Tabel 4.2</b> Data Hasil Pengujian Sampel .....	58
<b>Tabel 4.3</b> Nilai Kekerasan Vickers pada Penambahan Komposisi Titanium dan Jenis Aluminium .....	66
<b>Tabel 4.4</b> Estimasi Koefisien Kuadrat pada Penambahan Komposisi Titanium dan Jenis Aluminium .....	67
<b>Tabel 4.5</b> Model Linier Kekerasan Vickers .....	67
<b>Tabel 4.6</b> Hasil <i>Sum Spectrum</i> Sampel A .....	73
<b>Tabel 4.7</b> Hasil <i>Sum Spectrum</i> Sampel B .....	73
<b>Tabel 4.8</b> Hasil <i>Sum Spectrum</i> Sampel C .....	74
<b>Tabel 4.9</b> Hasil <i>Sum Spectrum</i> Sampel D .....	74

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
<b>Gambar 2.1</b> Biomaterial .....	9
<b>Gambar 2.2</b> Aplikasi Produk Biomaterial .....	10
<b>Gambar 2.3</b> Komponen Penyusun Komposit .....	12
<b>Gambar 2.4</b> Respon Sel Tubuh Terhadap Implan .....	14
<b>Gambar 2.5</b> Pemanfaatan Tulang Sapi .....	16
<b>Gambar 2.6</b> Struktur Kristal Hidroksiapatit .....	20
<b>Gambar 2.7</b> Skematik <i>Self Propagating Intermediate Temperature Synthesis</i> ....	20
<b>Gambar 2.8</b> Skematik Proses SHS .....	22
<b>Gambar 2.9</b> Skematik Difusi Partikel Flux dalam Mengikat Logam Pengotor ....	26
<b>Gambar 2.10</b> Energi Bebas Gibbs Standar Pembentukan Beberapa Sulfida, Oksida, Klorida, dan Fluorida .....	26
<b>Gambar 2.11</b> Slag Aluminium .....	31
<b>Gambar 2.12</b> Paduan Aluminium .....	32
<b>Gambar 2.13</b> Seri Penyusun Aluminium Bagian Komponen Kaleng .....	32
<b>Gambar 2.14</b> Serbuk Magnesium .....	33
<b>Gambar 3.1</b> Diagram Alir Penelitian .....	36
<b>Gambar 3.2</b> Diagram Alir Subproses Preparasi dan Kalsinasi Tulang Sapi .....	37
<b>Gambar 3.3</b> Diagram Alir Subproses Preparasi dan <i>Fluxing</i> Limbah Kaleng Aluminium .....	38
<b>Gambar 3.4</b> Diagram Alir RSM .....	38
<b>Gambar 3.5</b> Skematik Kalsinasi Limbah Tulang Sapi .....	41

<b>Gambar 3.6</b> Skematik <i>Fluxing</i> Limbah Kaleng Aluminium .....	43
<b>Gambar 3.7</b> Pembuatan Sampel Komposit .....	45
<b>Gambar 3.8</b> <i>X-Ray Diffraction</i> Rigaku .....	47
<b>Gambar 3.9</b> <i>X-Ray Fluorescence</i> Rigaku .....	48
<b>Gambar 3.10</b> Alat Uji <i>Micro Hardness Vickers</i> .....	48
<b>Gambar 3.11</b> Skematik Uji Kekerasan HV ASTM E92 .....	47
<b>Gambar 3.12</b> Uji Tekan dengan <i>Universal Testing Machine</i> .....	50
<b>Gambar 3.13</b> Mikroskop Nikon Eclipse LV-150 .....	51
<b>Gambar 3.14</b> Hitachi SU3500 .....	52
<b>Gambar 4.1</b> Tulang Sapi Sebelum Dikalsinasi dan Setelah Dikalsinasi .....	54
<b>Gambar 4.2</b> Hasil XRD Kalsinasi Tulang Sapi .....	54
<b>Gambar 4.3</b> Pengaruh Jenis Aluminium dan Variasi Ti Terhadap Nilai Kekerasan .....	60
<b>Gambar 4.4</b> Pengaruh Jenis Aluminium dan Variasi Ti Terhadap Nilai Kuat Tekan .....	62
<b>Gambar 4.5</b> Hasil Analisa Mikroskop Optik Pada Permukaan Seluruh Sampel ..	64
<b>Gambar 4.6</b> <i>Response Surface</i> dan <i>Contour Plot</i> Pengaruh Aluminium.....	68
<b>Gambar 4.7</b> Hasil <i>Scanning Electron Microscope</i> Sampel A dan B .....	69
<b>Gambar 4.8</b> Hasil <i>Scanning Electron Microscope</i> Sampel C dan D .....	71
<b>Gambar B.1</b> Hasil Uji Kekerasan Sampel A .....	89
<b>Gambar B.2</b> Hasil Uji Kekerasan Sampel B.....	89
<b>Gambar B.3</b> Hasil Uji Kekerasan Sampel C.....	89
<b>Gambar B.4</b> Hasil Uji Kekerasan Sampel D .....	90
<b>Gambar B.5</b> Hasil XRD Kalsinasi Tulang Sapi 750°C 6 Jam .....	90

<b>Gambar B.6</b> RSM Vickers .....	91
<b>Gambar C.1</b> Ayakan 200 mesh.....	93
<b>Gambar C.2</b> Cetakan Kompaksi .....	93
<b>Gambar C.3</b> <i>Disc Mill</i> .....	93
<b>Gambar C.4</b> Krusibel Alumina.....	93
<b>Gambar C.5</b> <i>Molding Sintering</i> .....	93
<b>Gambar C.6</b> <i>Muffle Furnace</i> .....	93
<b>Gambar C.7</b> Neraca Digital .....	94
<b>Gambar C.8</b> <i>Jar Rotary</i> dan Bola Zirkon .....	94
<b>Gambar C.9</b> Mesin <i>Press Carver</i> .....	94
<b>Gambar C.10</b> Mesin Bubut.....	94
<b>Gambar C.11</b> Alu dan Mortar .....	94
<b>Gambar C.12</b> Alat Uji XRD .....	94
<b>Gambar C.13</b> Alat Uji XRF.....	95
<b>Gambar C.14</b> Alat Penjepit .....	95
<b>Gambar C.15</b> Alat Uji Tekan .....	95
<b>Gambar C.16</b> Alat Uji Kekerasan.....	95
<b>Gambar C.17</b> Bata Alumina .....	95
<b>Gambar C.18</b> Mikroskop Optik.....	95
<b>Gambar C.19</b> Tungku Pengecoran .....	96
<b>Gambar C.20</b> Amplas.....	96
<b>Gambar C.21</b> Serbuk Magnesium .....	96
<b>Gambar C.22</b> Serbuk Titanium .....	96

<b>Gambar C.23</b> Serbuk NaCl.....	96
<b>Gambar C.24</b> Serbuk KCl .....	97
<b>Gambar C.25</b> Kaleng Aluminium .....	97
<b>Gambar C.26</b> Serbuk Kaleng Aluminium .....	97
<b>Gambar C.27</b> Serbuk Aluminium <i>Fluxing</i> .....	97
<b>Gambar C.28</b> Serbuk Hidroksiapatit .....	97
<b>Gambar C.29</b> Tulang Sapi .....	97
<b>Gambar C.30</b> Tisu .....	98
<b>Gambar C.31</b> Oli .....	98

## Pendahuluan

### 1.1 Latar Belakang

Berdasarkan data Badan Pusat Statistik pada tahun 2022 menyatakan bahwa produksi daging sapi mencapai 436.700 ton di Indonesia (BPS, 2022). Berdasarkan hal ini menunjukkan limbah yang dihasilkan dari produksi daging sapi cukup banyak, hasil sisa pemrosesan limbah sapi berupa tulang yang mengandung senyawa hidroksiapatit (HAp). Hidroksiapatit berpotensi menjadi bahan yang berguna untuk aplikasi biomedik (Barakat *et al.*, 2008). Hidroksiapatit memiliki biokompatibilitas yang cukup baik, tetapi struktur mikro yang dihasilkan oleh hidroksiapatit bersifat getas dan menggumpal. Oleh karena itu, perlu dilakukannya pepaduan dengan alumunium yang memiliki tujuan untuk meningkatkan kekuatan dan kekerasan serta untuk memperbaiki struktur mikro yang menggumpal. Perlu penambahan *wetting agent* berupa magnesium sebagai pengikat kedua material hidroksiapatit dan alumunium, serta berfungsi juga untuk meningkatkan kekuatan dan kekerasan (Pramono, 2018).

Logam aluminium digunakan untuk meningkatkan sifat mekanik kekerasan & kekuatan, namun aluminium tidak memiliki toksisitas jika berikatan dengan oksida. Perlu kita ketahui limbah logam aluminium sering sekali kita temui pada kehidupan sehari-hari, contohnya limbah kaleng minuman. Menurut data Dinas Kebersihan Kota di Indonesia, limbah logam pada tahun 2022 yang dihasilkan sebesar 365.139 ton (BPS, 2022). Limbah kaleng aluminium dapat didaur ulang

dengan melakukan proses peleburan ulang (*remelt*) dengan penambahan *flux*. *Flux* adalah senyawa yang ditambahkan ke dalam leburan aluminium untuk mengikat pengotor yang berasal dari limbah aluminium menjadi *dross*. *Flux* yang digunakan adalah garam NaCl dan KCl. Kandungan aluminium pada kaleng minuman cukup tinggi yaitu di atas 90% namun masih memiliki pengotor, maka harus dihilangkan pengotornya terlebih dahulu yaitu dengan cara melakukan pemurnian menggunakan metode *fluxing*, selain dengan mendaur ulangnya dapat pula menjaga lingkungan (Prihadi dan Juniarsih, 2015). Proses daur ulang dapat mengurangi pencemaran lingkungan dan timbunan sampah di TPA dan menambah nilai ekonomis dari limbah kaleng (Manurung, 2010). Oleh karena itu, supaya tidak terbuang percuma perlu dilakukannya pengolahan kembali limbah kaleng minuman tersebut, untuk dimanfaatkan menjadi suatu aplikasi yang dapat bermanfaat. Pengaplikasian limbah tulang sapi dan limbah aluminium kaleng minuman dalam bentuk komposit dapat menghasilkan biomaterial yang sangat berguna pada bidang kesehatan (Pramono, 2021).

Salah satu pengolahan yang tepat untuk permasalahan di atas yaitu melalui Metalurgi Serbuk atau *Powder Metallurgy*, yang merupakan teknik pengolahan suatu logam dengan menggunakan serbuk logam melalui metode penekanan dan pemanasan (*sinter*). *Self Propagating High temperature Synthesis* (SHS) merupakan bentuk sintesis pembakaran terkontrol yang sudah digunakan oleh banyak peneliti untuk bahan logam bertemperatur tinggi, SHS memanfaatkan reaksi *solid* pembakaran antara komponen dalam suatu bentuk yaitu serbuk untuk dapat menghasilkan sebuah material khusus dengan pembakaran suhu tinggi yang



menyebabkan pembakaran terkontrol pada sampel yang berada di dalam sebuah cetakan khusus (X Galina dan V George, 2000). Metode pengolahannya dapat dikembangkan melalui metode baru yaitu *Self Propagating Intermediate temperature Synthesis* (SIS), sehingga tidak hanya melalui penekanan dan pemanasan (*sinter*) saja. Metode ini memanfaatkan sebuah cetakan yang khusus, menggunakan variasi penekanan kompaksi yang dapat menciptakan material komposit yang sangat bermanfaat (Pramono, 2016).

Pengaruh jenis aluminium (kaleng dan *fluxing*) dan penambahan komposisi titanium pada penelitian ini diharapkan mampu meningkatkan nilai kekerasan yang sesuai aplikasi implan untuk tulang kortikal pada manusia sebesar 40,4 HV dan tulang kanselus 35,2 HV (Pramanik *et al.*, 2005). Sedangkan rentang nilai kuat tekan untuk tulang kortikal 30-160 MPa dan tulang kanselus 2-12 MPa (Indriani *et al.*, 2011). Berdasarkan fenomena tersebut, penelitian ini dilakukan terkait karakterisasi komposit hidroksiapatit tulang sapi dan berfokus pada perlakuan aluminium dan penambahan titanium terhadap sifat mekanik serta struktur mikro komposit dengan metode *Self-propagating Intermediate Temperature Synthesis* (SIS) pada aplikasi biomaterial implan tulang kaki.

## 80 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan pada latar belakang yang telah dijelaskan bahwa pengaruh aluminium dan titanium dapat meningkatkan sifat mekanik, maka dapat dirumuskan sebagai berikut:

1. Bagaimana pemanfaatan limbah tulang sapi sebagai *base material* dan limbah kaleng minuman alumunium dengan variasi komposisi titanium menggunakan metode *Self-Propagating Intermediate temperature Synthesis* (SIS).
2. Bagaimana pengaruh variasi komposisi titanium terhadap karakterisasi komposit limbah tulang sapi dan limbah kaleng minuman alumunium berdasarkan nilai kekerasan dan kuat tekan serta struktur mikro yang dihasilkan.
3. Bagaimana pengaruh pemurnian *fluxing* pada limbah kaleng aluminium terhadap sifat mekanik dan struktur mikro.

### 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui fraksi komposisi campuran yang tepat dan efektivitas pemurnian limbah alumunium kaleng minuman menggunakan metode *fluxing*. Adapun tujuan khusus pada penelitian ini yaitu:

1. Terbentuknya komposit keramik hidroksiapatit dari limbah tulang sapi berkuat alumunium limbah kaleng minuman serta titanium.
2. Mengetahui pengaruh variasi komposisi titanium yang ditambahkan terhadap nilai kekerasan dan kuat tekan pada komposit hidroksiapatit berkuat aluminium limbah kaleng dan titanium.

3. Mengetahui pengaruh pemurnian limbah kaleng alumunium menggunakan metode *fluxing* terhadap karakteristik kekerasan dan kuat tekan serta mikro struktur.

42

#### 1.4 Batasan Masalah Penelitian

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Penelitian dilakukan di Laboratorium Metalurgi Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Kota Cilegon.
2. Penelitian dilakukan di Pusat Riset Material Maju – BRIN, KST BJ Habibie Serpong, Kota Tangerang Selatan.
3. Membuat komposit *hybrid* menggunakan metode *Self Propagating Intermediate temperature Synthesis*.
4. Melakukan pengujian XRD pada Hidroksiapatit (HAp) dan XRF pada alumunium.
5. Melakukan pengujian kekerasan dan kuat tekan serta mikroskop optik terhadap komposit *hybrid* hidroksiapatit.
6. Parameter pada penelitian ini yaitu variabel bebas, variabel tetap dan terikat.

Variabel bebas yang digunakan:

- 1). Penambahan Komposisi Titanium yaitu 5 wt.% Titanium, 10 wt.% Titanium dan 20 wt.% Titanium
- 2). Perlakuan dan tanpa perlakuan *fluxing* pada kaleng aluminium

Variabel tetap yang digunakan:

- 1). Tekanan pemadatan sampel 171 MPa
- 2). Waktu pemadatan sampel 5 menit
- 3). Temperatur *sintering* 850°C
- 4). Waktu *sintering* 2 jam

Variabel terikat yang digunakan:

- 1). Nilai Kekerasan Vickers
- 2). Nilai Kuat Tekan
- 3). Hasil *X-Ray Diffraction* (XRD)
- 4). Hasil *X-Ray Fluorescence* (XRF)
- 5). Hasil Mikroskop Optik
- 6). Hasil Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)

## 1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan proposal penelitian ini terdiri dari lima bab, dengan penulisan sebagai berikut:

Bab I Pendahuluan, Bab ini menjelaskan mengenai latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, ruang lingkup penelitian, hipotesa penelitian dan sistematika penulisan. Bab II Tinjauan Pustaka, Bab ini berisikan dasar teori yang dapat mendukung penelitian serta sebagai acuan dalam analisis pembahasan. Bab III Metodologi Penelitian, Bab ini menjelaskan diagram alir pada penelitian, alat dan bahan yang akan digunakan, metode serta Langkah dalam penelitian. Mulai dari tahap persiapan bahan, preparasi alat dan sampel hingga proses pengujian. Bab IV Hasil dan Pembahasan, Pada bab ini menjelaskan Hasil dari penelitian yang telah

dilakukan serta pembahasan dari hasil yang telah didapatkan selama penelitian. Bab

V Kesimpulan dan Saran, Bab ini berisikan kesimpulan dari penelitian ini serta

saran yang diberikan dari penulis untuk penelitian selanjutnya

## **Bab II**

### **Tinjauan Pustaka**

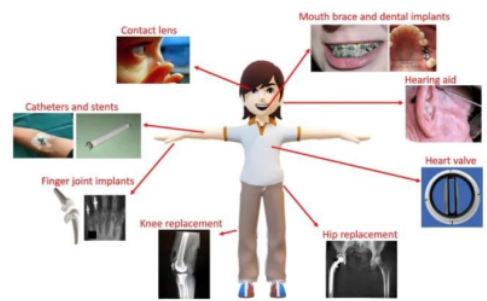
#### **2.1 Biomaterial**

Biomaterial adalah material yang ditanam di dalam tubuh manusia untuk mengganti jaringan organ tubuh yang terserang penyakit, rusak ataupun cacat baik berasal dari makhluk hidup maupun sintetik (Widyastuti, 2009). Persyaratan yang harus dipenuhi biomaterial sangat berat. Penggantian atau perbaikan anggota badan, jaringan, organ atau fungsi mempersyaratkan bahwa material yang digunakan harus mempunyai sifat mekanik, fisis dan kimia yang khusus (Bidhendi, 2011). Pada umumnya tidak ada biomaterial yang mempunyai sifat biokompatibel yang menyeluruh, karena suatu material untuk suatu aplikasi bisa saja biokompatibel, tetapi tidak untuk aplikasi lain. Oleh karena itu biokompatibilitas berbeda-beda tergantung aplikasinya. Biomaterial membutuhkan pemahaman mendasar dari sifat-sifat material secara umum, biomaterial alami terbagi atas *allograft* (tulang manusia), *xenograft* (tulang sapi), dan *autograft* (Tulang dari pasien yang sama) (Dewi, 2009). Biomaterial terbagi menjadi lima jenis yaitu (Muddugangadhar *et al.* 2011):

1. Biotoleran, ialah material yang dapat bertahan tanpa memberikan efek atau kerusakan pada jaringan tubuh. Biasanya akan muncul jaringan tipis yang membungkus material ini sebagai antarmuka dengan jaringan atau susunan tubuh.

2. *Bioinert* diartikan sebagai suatu bentuk reaksi dalam pembentukan fibrous oleh jaringan tubuh manusia pada susunan atau permukaan biomaterial.
3. Bioaktif merupakan suatu ikatan secara langsung dalam biokimia dan juga biologis pada antarmuka biomaterial dan juga tulang induk melalui proses lapisan apatit biomaterial.
4. Biotoleran dan *bioinert*, contohnya seperti logam dan karbon yang biasanya disebut dengan istilah implant, alasannya karena ketika ditanamkan ke jaringan tubuh manusia, material jenis ini tidak akan pernah menyatu dengan jaringan tubuh.
5. Material kalsium fosfat yang sering digunakan dalam bidang ortopedi dan kedokteran gigi sebagai material pengganti tulang. Cara yang digunakan adalah dengan memberikan mineral tulang pada bagian yang sudah mengalami kerapuhan melalui suntikan suspensi atau koloid mineral atau hormon ke tulang pada bagian yang rapuh yaitu *injectable bone substitute*.

Salah satu pemanfaatan biomaterial pada tubuh manusia dapat dilihat pada Gambar 2.1



**Gambar 2.1** Biomaterial (Ratner, 2019)

Berdasarkan Gambar 2.1 terdapat jenis aplikasi implan pada aplikasi biomaterial yaitu pin, penyambung patah tulang dan *stent* jantung. Pemilihan logam ditinjau berdasarkan sifat biokompatibel, sifat mekanik serta biaya produksi. Logam yang banyak diaplikasikan pada bidang biomedis adalah baja tahan karat 316L, paduan kobalt-kromium-molibdenum (CCM) dan paduan titanium. Material logam sebagai biomaterial dapat dilihat pada Tabel 2.1

**Tabel 2.1** Sifat Mekanik Biomaterial *Artificial Hip Joints* (Waily *et al*, 2020)

Material	Mechanical Properties					
	$\sigma_{st}$	$\sigma_y$	$\epsilon_f$	HV	E	$\sigma_f$
SS 316l	650	280	45	190	211	280
Co-Cr alloy	1540	1050	9	450	541	290
Cast Co-Cr Alloy	690	290	8	300	241	300
Titanium	710	270	30	-	121	300
Ti-6Al-4V	1000	970	12	-	121	-
Natural Bone	137,3	-	1,49	26,3	30	-

Berikut ini merupakan contoh aplikasi pada biomaterial pada Gambar 2.2.



**Gambar 2.2** Aplikasi Produk Biomaterial (Zenith, 2021)

## 2.2 Komposit Material

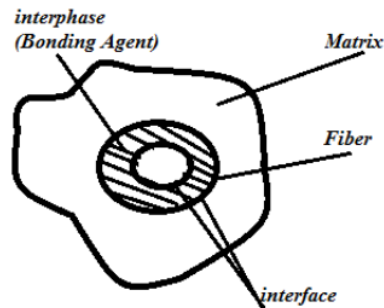
Material padat dikelompokkan menjadi 3 klasifikasi dasar yaitu logam, keramik, dan polimer akan tetapi 3 jenis material tersebut dapat dikombinasikan



menjadi sebuah material yang disebut material komposit. Material komposit merupakan teknologi rekayasa material hasil kombinasi makroskopik dari dua atau lebih komponen berbeda, dengan tujuan mendapatkan sifat fisik dan mekanis tertentu yang lebih baik daripada sifat masing-masing komponen penyusunnya (Sari, 2018). Dengan perbedaan dari material penyusunnya maka komposit antara material harus berikatan dengan kuat, sehingga perlu adanya penambahan *wetting agent* yang mempunyai kemampuan untuk membasahi serat (penguat) yang terjadi akibat adanya interaksi antara molekul dari kedua material tersebut (Prabowo, 2016). Berdasarkan matriknya komposit diklasifikasikan menjadi tiga kelompok yaitu komposit matrik logam, komposit matrik keramik dan komposit matrik keramik. Komposit terdiri dari dua penyusun yaitu matrik dan penguat. Matriks adalah komponen penyusun dengan fraksi volume terbesar, sedangkan penguat adalah komponen yang dilindungi oleh matrik yang berfungsi sebagai penahan beban utama. Komposisi matrik logam dapat diklasifikasi dengan beberapa cara. Salah satu klasifikasi adalah berdasarkan jenis dan kontribusi komponen penguat (*reinforce*) yang dapat berupa partikel, *layer*, fiber dan penetrasi material komposit. Material komposit yang menggunakan bahan yang jenis penguat yang berbeda dalam matriks yang sama disebut dengan komposit *hybrid* (Jamir *et al.*, 2018). Komposit jenis ini memiliki jangkauan pengaplikasian yang lebih luas karena memiliki lebih dari satu penguat. Adanya dua penyusun material komposit yaitu matrik dan penguat maka terbentuklah daerah-daerah yaitu *interphase* dan *interface*. *Interphase* adalah tempat pelekatan anatar dua penyusun (matrik dan penguat), sedangkan *interface* adalah tempat permukaan *phase* yang berbatasan

dengan *phase* lain. Terbentuknya daerah-daerah tersebut dapat dilihat pada Gambar

2.3.



**Gambar 2.3** Komponen Penyusun Komposit (Jones R, 2019)

### 2.3 Komposit Biomaterial

Secara garis besar komposit dapat didefinisikan sebagai material yang terdiri dari perpaduan dua atau lebih material yang memiliki sifat yang berbeda sehingga menghasilkan material baru dengan sifat yang berbeda dibandingkan sifat material dasar sebelum dicampur. Terdapat dua komponen utama yang ada pada komposit, yaitu matrik dan penguat. Matrik adalah bagian dengan fraksi volume terbesar yang berfungsi untuk mentransfer beban dan melindungi penguat, sedangkan penguat adalah penahan beban utama pada komposit dan diantara matrik dan penguat terdapat *interface* (pelekat antara dua penyusun) (V.Vasiliev, 2007).

Berdasarkan matrik komposit dapat di klasifikasikan menjadi tiga jenis yaitu (Sapuan, 2017):

1. *Metal Matrix Composite* (MMC) didefinisikan sebagai komposit bermatrik logam, seperti komposit matrik alumunium yang digunakan pada industri otomotif. Kedua adalah

2. <sup>4</sup> **Polymer Matrix Composite (PMC)** yang didefinisikan sebagai komposit yang menggunakan polimer sebagai matriknya. Contoh dari PMC adalah komposit polietilen dengan penguat serat aramid yang digunakan sebagai rompi anti peluru. Ketiga adalah
3. *Ceramic Matrix Composite (CMC)* yang memiliki definisi komposit bermatrik keramik. Setiap jenis komposit memiliki kelebihan dan kekurangan masing masing sehingga setiap komposit memiliki aplikasi yang berbeda.

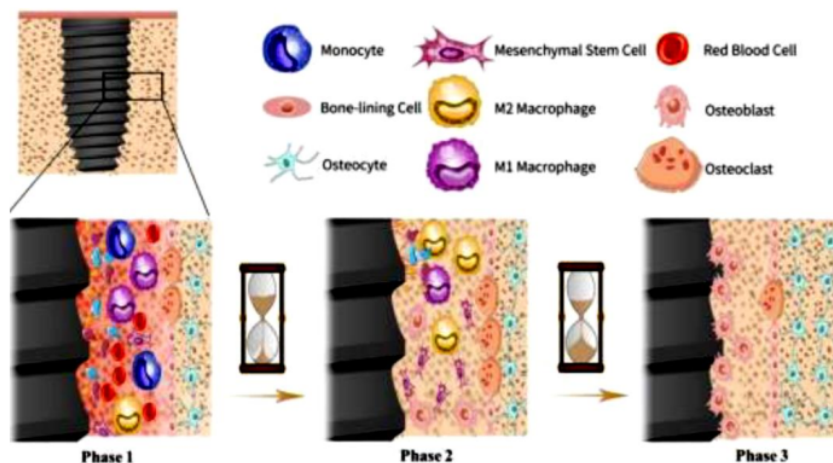
Komposit untuk aplikasi biomaterial harus memiliki sifat yaitu tidak mudah terdegradasi, bersifat *bioinert* dan *biocompatible* sehingga *ceramic matrix composite* yang sangat cocok untuk digunakan sebagai komposit biomaterial (Chang, 2018).

Dikarenakan sifat komposit disesuaikan berdasarkan aplikasinya bidang kesehatan. Beberapa contoh adalah pada aplikasi implan gigi dan tulang, *dental filling*, prostetik pinggul, hingga semen tulang (*bone cement*). Dikarenakan untuk bagian tulang manusia, selain *bioactive* komposit tersebut harus memiliki sifat *osteoconduction* (Ogueri, 2020). Material yang memiliki sifat *osteoconduction* disebut *osteoconductive material*. *Osteoconductive material* adalah kemampuan material untuk ditempati oleh sel *osteoprogenitor* sehingga regenerasi tulang dapat terjadi. Hidroksiapatit memiliki sifat *osteoconduction*, maka komposit bermatrik sangat cocok digunakan sebagai *dental filling* maupun *bone cement* (Klenke, 2016).

Biomaterial yang berada dalam tubuh, terjadi interaksi antara material dengan tubuh. Interaksi terdiri dari tiga fase yaitu (Li, 2021):

1. Fase 1 terjadi pada permukaan biomaterial yang diselubungi oleh darah, biomolekul, protein, glikoprotein, dan lipid yang membentuk lapisan bioaktif.
2. Fase 2 terjadi pada penyerapan jaringan tulang awal dimulai dengan proliferasi dan diferensiasi sel osteon yang mengarah ke mineralisasi.
3. Fase 3 terjadi pada permukaan yang ditutupi oleh osteoblas dan osteoklas menyebabkan *osteointegration*.

Respon sel tubuh manusia yang diaplikasikan implan biomaterial dan terjadi interaksi antar sel di setiap masing-masing fase yang dapat dilihat pada Gambar 2.4.



**Gambar 2.4** Respon Sel Tubuh Terhadap Implan (Li, 2021)

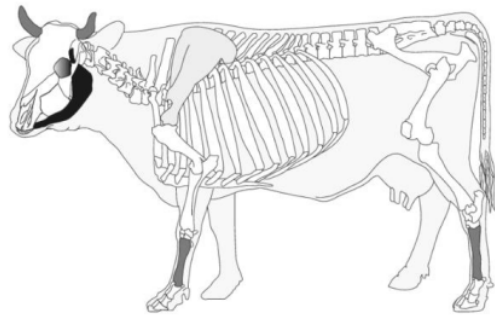
Dalam merancang komposit perlu memperkirakan nilai dari sifat yang terbentuk pada material komposit. Salah satu metode paling umum yang digunakan untuk menghitung nilai dari sifat komposit adalah menggunakan *Rule of Mixture* (ROM). ROM merupakan salah satu metode memungkinkan untuk memprediksi

sifat komposit yang tersusun dari dua atau lebih bahan berbeda dengan sifat yang berbeda dengan cara mengkalikan nilai sifat matrik dan penguat dengan fraksi volumenya (FV). *Rule of Mixture* (ROM) bisa digunakan untuk memprediksi modulus elastisitas, kuat tarik hingga kekerasan. Berikut adalah persamaan matematika dari *rule of mixture* yang dijelaskan pada persamaan berikut (Kim, 2000):

$$HV_{Composite} = (HV_{matrix} \times FV_{Matrix}) + (HV_{reinforce} \times FV_{reinforce}) \dots (2.1)$$

## 2.4 Tulang Sapi

Di Indonesia, produksi daging sapi sangat banyak karena tingkat konsumsi daging sapi di Indonesia cukup tinggi. Menurut Badan Pusat Statistik (BPS) produksi daging sapi di Indonesia pada tahun 2022 sekitar 436,7 ton (BPS, 2022). Karena produksi daging sapi yang sangat banyak mengakibatkan limbah tulang sapi yang sangat banyak juga, dan salah satu pemanfaatan limbah tulang sapi yaitu pada dunia kesehatan yang dimanfaatkan sebagai biomaterial. Tulang sapi bisa dimanfaatkan sebagai biomaterial karena salah satu sumber biologi untuk menghasilkan HAp (Barakat, 2008). Tulang sapi dipilih sebagai sumber hidroksiapatit karena ketersediaan sumber yang melimpah, mudah diperoleh serta bernilai ekonomis. Tulang sapi merupakan sisa hasil (*by product*) dari pemotongan sapi yang belum diolah secara optimal, sehingga tulang sapi memiliki nilai ekonomis yang rendah. Sejalan berkembang teknologi khususnya pada teknologi pengolahan hasil ternak, maka limbah tulang telah dikembangkan dan dimanfaatkan baik dalam bentuk produk pangan maupun non-pangan. Gambaran potensi pemanfaatan *by product* dari tulang sapi dapat dilihat pada Gambar 2.5.



**Gambar 2.5** Pemanfaatan Tulang Sapi (Clavel, 2010)

Pada Gambar 2.5 presentase pemanfaatan tulang sapi paling banyak dimanfaatkan pada bagian tulang paha sapi, presentase pemanfaatan tulang bagian tersebut berkisar 90-100%, namun pemanfaatan tulang sapi tersebut masih terbatas dan mempunyai nilai ekonomis yang rendah. Komposisi tulang paha sapi terdiri dari 70% zat non organik dan 30% zat organik dengan mineral penyusun tulang memberikan sifat kaku pada tulang. Ikatan senyawa yang dimiliki oleh tulang menentukan fasa hidroksiapatit tulang. Fasa hidroksiapatit terbagi menjadi dua yaitu fasa stokiometrik hidroksiapatit dan fasa non stokiometrik. Penentuan fasa tergantung nilai rasio Ca/P. Nilai rasio Ca/P Fasa stoikiometrik dan fasa non stoikiometrik hidroksiapatit sebesar 1,67 dan tidak sama dengan 1,67. Hidroksiapatit non stoikiometrik ditemukan pada bagian *enamel* dan *dentine* pada gigi dengan nilai rasio Ca/p > 1,67 (Manalu *et al*, 2015).

Komponen utama tulang adalah mineral organik dengan penyusun sekitar 65% yang terdiri dari senyawa apatit, 25% senyawa organik yang terdiri dari kolagen dan 10% terdiri dari air yang berikatan dengan komposit mineral-kolagen serta molekul air tidak terikat yang mengalir secara bebas melalui pembuluh darah

pada tulang (Burr, 2014). Penghilangan kandungan air pada zat organik oleh panas tidak akan merubah sebagian besar struktur tulang, namun pemanasan tersebut dapat mengurangi berat tulang. Komposisi kimia tulang sapi dapat dilihat pada Tabel 2.2.

**Tabel 2.2** Komposisi Kimia Tulang Sapi (Septimus, 1964)

Senyawa	Kadar (%)
Gelatin	33,3
Kalsium Fosfat	57,35
Kalsium Karbonat	3,85
Magnesium Fosfat	2,05
Sodium Karbonat	3,45
Total	100

## 2.5 Hidroksiapatit (HAp)

Hidroksiapatit dengan rumus senyawa  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  adalah mineral apatit yang terdiri dari kalsium dan fosfor sebagai penyusun kerangka tulang dan gigi. Hidroksiapatit merupakan salah satu fasa kalsium fosfat untuk tulang dan gigi yang banyak dikembangkan (Manalu *et al*, 2015). Komposisi kimia hidroksiapatit terdiri dari 39% Ca, 18,5% P dan 3,38% OH. Hidroksiapatit digunakan di bidang biomaterial dikarenakan senyawa pembentuknya yang sama dengan tulang manusia.

Biokeramik HAp telah banyak digunakan sebagai pengganti tulang buatan karena sifat biologis yang menguntungkan yang meliputi: biokompatibilitas, bioafinitas, bioaktivitas, osteokonduksi osteointegrasi serta osteoinduksi (dalam kondisi tertentu). Hidroksiapatit mengandung ion kalsium dan fosfat sehingga tidak

ada toksisitas lokal atau sistem yang dapat merusak tubuh (Ching, 2018). Ketika ditanamkan, tulang yang baru terbentuk mengikat langsung ke hidroksiapatit melalui lapisan yang kurang kandungan kalsium karbonat pada antarmuka tulang atau implan. Metode *in vitro* dikembangkan untuk melihat pertumbuhan apatit pada permukaan hidroksiapatit yang menunjukkan bioaktivitas dengan menggunakan *simulated body fluid* (SBF).

Bahan bioaktif menghasilkan lapisan apatit seperti tulang pada *in vitro* dikenal sebagai lapisan kalsium fosfat amorf atau hidroksikarbonat pada permukaannya ketika ditinjau berdasarkan SBF. Mekanisme pembentukan apatit pada permukaan hidroksiapatit karena sebagian dekomposisi hidroksiapatit dan pertukaran ion antara SBF dan hidroksiapatit. Pembentukan lapisan apatit memungkinkan implan untuk mengikat langsung ke jaringan inang. Material *disk* pada tulang belakang yang dilapisi hidroksiapatit menunjukkan peningkatan kompatibilitas terhadap sel *fibroblast* dibandingkan dengan *disk* yang tidak dilapisi (Mucalo, 2015).

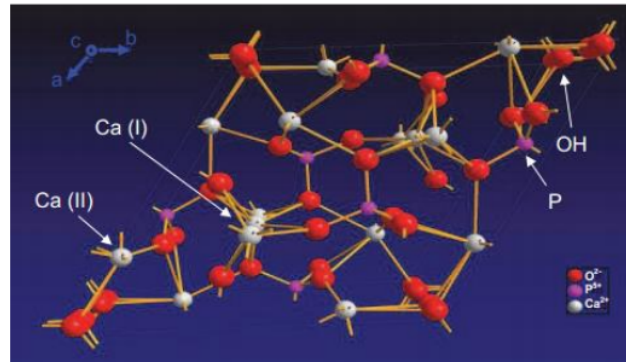
Permukaan pada hidroksiapatit mendukung adhesi pada sel osteoblastik, pertumbuhan, dan diferensiasi pada tulang baru yang diendapkan dengan menyisip dari tulang hidup yang berdekatan. Hidroksiapatit dapat berfungsi sebagai sarana pengiriman sitokin sesuai jumlah untuk mengikat dan memusat pada *bone morphogenetic proteins* (BMP) *in vivo*. Pada *in vivo*, hidroksiapatit diletakkan pada jaringan diserap secara selektif oleh tubuh manusia dan digantikan oleh jaringan tulang yang baru (Slosarczyk, 2020).



Penelitian tersebut menunjukkan bahwa hidroksiapatit memiliki sifat osteokonduktif sehingga dapat merangsang pertumbuhan tulang. Pada tahun 2008 O.S. Schindler melakukan penelitian menggunakan komposit berbahan  $\text{CaSO}_4$  dan hidroksiapatit sebagai pengganti *bone graft* pada manusia. Berdasarkan percobaan tersebut didapatkan bahwa komposit  $\text{CaSO}_4$  dengan hidroksiapatit dapat berperan sebagai kerangka untuk pertumbuhan tulang dan menghindari komplikasi pada bagian tersebut (Kattimani, 2016).

Terdapat dua struktur kristal berbeda yang terdapat pada hidroksiapatit yaitu struktur <sup>54</sup>monoklinik dan heksagonal. Hidroksiapatit yang disintesis memiliki struktur kristal heksagonal, struktur terdiri dari susunan gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  yang diikat oleh ion  $\text{Ca}^{2+}$ . Sedangkan hidroksiapatit pada bentuk monoklinik lebih tersusun dan stabil secara termodinamik yang dapat terbentuk pada temperatur tinggi dan reaktif terhadap logam. Meskipun hidroksiapatit struktur monoklinik lebih baik dibandingkan dengan heksagonal, namun sulit diproduksi untuk kebutuhan implan. Selain kandungan yang telah disebutkan, hidroksiapatit juga terdapat kandungan unsur dan senyawa lain seperti  $\text{CO}_3$ , Mg, Na, F dan Cl.

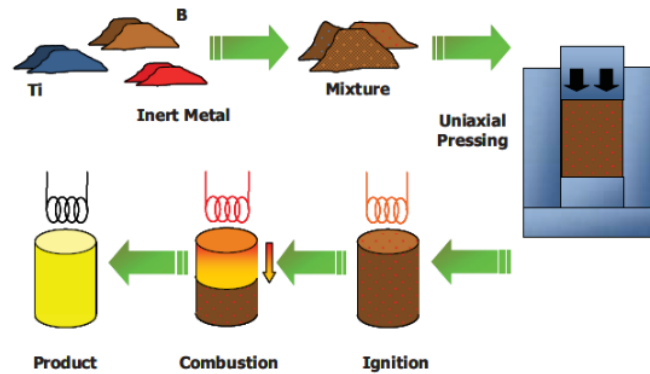
Jumlah yang sesuai dengan jenis jaringan tertentu memiliki variasi yang berkaitan dengan sifat dan bioaktivitas. Salah satu faktor penting adalah semakin dekat nilai rasio Ca/P ke 1,67 maka semakin besar nilai stabilitas bahan dalam tubuh manusia karena bersifat *inert*, dan nilai rasio yang semakin menurun menyebabkan bioaktivitas yang semakin baik (Rivera-Munoz, 2011). Struktur kristal hidroksiapatit <sup>22</sup>dapat dilihat pada Gambar 2.6.



**Gambar 2.6** Struktur Kristal Hidroksiapatit (Rivera-Munoz, 2011)

## 2.6 <sup>1</sup> *Self Propagating Intermediate Temperature Synthesis*

*Self propagating Intermediate temperature Synthesis* (SIS) merupakan alternatif pada <sup>62</sup> proses metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS) disebabkan temperatur penerapan di bawah 1000°C (Pramono *et al*, 2022). Berikut skematik proses *self propagating intermediate temperature synthesis* <sup>50</sup> dapat dilihat pada Gambar 2.7.

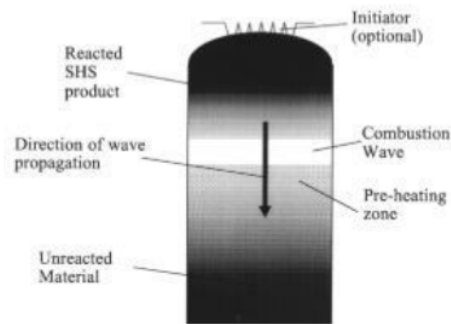


**Gambar 2.7** Skematik *Self Propagating Intermediate Temperature Synthesis*

(Pacheco, 2007)

Namun, karena SIS dioperasikan pada temperatur di bawah 1000°C, maka perlu adanya bantuan untuk membantu reaksi pembakaran dengan baik yaitu dengan kompaksi. Hal ini dapat mendorong difusi antara matriks hidroksiapatit dan penguat Aluminium dengan Magnesium sebagai *wetting agent* (Pramono *et al*, 2022).

<sup>1</sup> Pada metode SHS reaksi eksotermik berupa pembebasan energi panas yang berfungsi dalam pembentukan ikatan antar permukaan karena energi panas yang diberikan akan masuk kedalam cetakan khusus SHS sehingga terjadi pembakaran yang terkontrol yang akan mempermudah ikatan antar permukaan yang terbentuk. Metode *Self propagating High temperature Synthesis* (SHS) dilakukan dengan cara pemanasan pada suhu tinggi yang mengakibatkan pembakaran terkontrol pada sampel yang berada dalam sebuah cetakan khusus temperatur SHS bisa mencapai 3000°C. Metode pemanasan <sup>1</sup> SHS memiliki prinsip dasar penghapusan keseluruhan atau sebagian dari suplai energi eksternal dan pemanfaatan dari panas internal yang dilepaskan dalam reaksi kimia, kemudian realisasi dari reaksi pembakaran secara cepat dan alami yang menghasilkan produk dan struktur khusus sesuai yang diinginkan, dan kontrol laju proses, temperatur, derajat perubahan dan komposisi dan struktur dari produk dengan variasi pada laju pelepasan panas dan transfer (X Galina dan V George, 2000). Berikut ini adalah gambaran proses pemanasan yang <sup>50</sup> dapat dilihat pada Gambar 2.8.



**Gambar 2.8** Skematik Proses SHS (Xanthopoulou dan Vekinis, 2001)

Adapun prinsip dasar dari proses pemsanan dengan metode sebelumnya yaitu metode *Self-propagating High Temperature Synthesis* (SHS) antara lain sebagai berikut (Merzhanov, 1997):

1. Reaksi pembakaran yang cepat akan menghasilkan produk dengan komposisi serta struktur yang diinginkan.
2. Energi eksternal sebagian besar dapat dihilangkan dengan memanfaatkan panas dari dalam yang dikeluarkan melalui reaksi kimia.
3. Pengamatan laju proses, temperatur, derajat konversi, komposisi serta struktur dari produk dapat dilakukan melalui laju perpindahan panas

## 2.7 Limbah Kaleng Alumunium

Limbah kaleng adalah limbah yang tidak bisa diurai secara alami karena tergolong limbah anorganik (BPS, 2021). Banyaknya penggunaan alumunium dalam kehidupan sehari-hari baik itu dalam rumah tangga maupun industri akan membuat limbah alumunium semakin banyak jika hal ini tidak di tangani dengan cepat maka limbah ini akan memberikan dampak yang buruk bagi lingkungan,

limbah aluminium dapat mencemari tanah dan air. Oleh karena itu, limbah kaleng harus didaur ulang karena limbah kaleng mengandung aluminium meskipun ada campuran unsur lain didalam seperti Mn dan Mg dan kandungan aluminium pada kaleng tipe 3XXX sebesar 97,8% memiliki potensi yang tinggi untuk di daur ulang menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat khususnya dalam pembuatan material teknik (Alsaffar, 2008).

*Scrap* kaleng minuman adalah salah satu contoh dari salah satu bidang pengemasan. *Scrap* kaleng minuman dapat didaur ulang sebagai upaya untuk mengurangi limbah dan mengurangi tempat pembuangan sampah, selain itu aluminium hasil dari daur ulang dapat dimanfaatkan sebagai salah satu material penambah nilai untuk proses pencampuran dengan aluminium dari proses metode Hall-Heroult, sehingga penggunaan aluminium dari proses Hall-Heroult dapat di minimalisasi dengan penambahan aluminium dari hasil proses daur ulang. *Scrap* kaleng minuman mengandung sekitar 95% aluminium dan beberapa unsur logam padu seperti magnesium, mangan, seng, silikon dan tembaga. Penggunaan aluminium antara lain untuk pembuatan kabel kerangka kapal terbang, mobil dan berbagai produk peralatan rumah tangga karena aluminium memiliki sifat ringan dan kuat, kemampuan penghantar listrik yang baik, dan ketahanan korosi yang baik (Alsaffar, 2008).

## 2.8 Fluxing

*Fluxing* adalah metode perlakuan yang digunakan untuk menghilangkan pengotor pada bagian logam paduan (Gilstad, 2013). Metode perlakuan ini dengan membahkan senyawa kimia ke dalam leburan aluminium. Pemisahan dan

penghilangan oksida diperlukan untuk meminimalkan *slag* dalam aluminium cair. Hal ini biasanya dilakukan dengan menggunakan padatan maupun gas fluks yang mengandung klorin, fluorin, klorida dan atau fluorida. *Flux* adalah senyawa yang ditambahkan ke dalam leburan aluminium untuk mengikat pengotor yang berasal dari limbah aluminium menjadi *dross*. Flux yang digunakan adalah garam NaCl dan KCl. Kandungan aluminium pada kaleng minuman cukup tinggi yaitu di atas 90% namun masih memiliki pengotor, maka harus dihilangkan pengotornya terlebih dahulu yaitu dengan cara melakukan pemurnian menggunakan metode *fluxing*, selain dengan mendaur ulangnya dapat pula menjaga lingkungan (Prihadi dan Juniarsih, 2015). Berikut merupakan karakterisasi material *flux* pada Tabel 2.3.

**Tabel 2.3** Karakterisasi Material *Flux* (Prihadi dan Juniarsih, 2015)

	<i>Molecular Gas</i> (g/mol)	<i>Solid Density</i> (g/cm <sup>3</sup> )	<i>Melting Point</i> (°C)	<i>Boiling Point</i> (°C)
NaCl	58,44	2,165	801	1413
KCl	74,56	1,984	770	1500
LiCl	43,39	2,068	605	1325
AlF <sub>3</sub>	83,98	2,882	-	1291
Na <sub>3</sub> AlF <sub>6</sub>	209,94	2,9	1.010	-

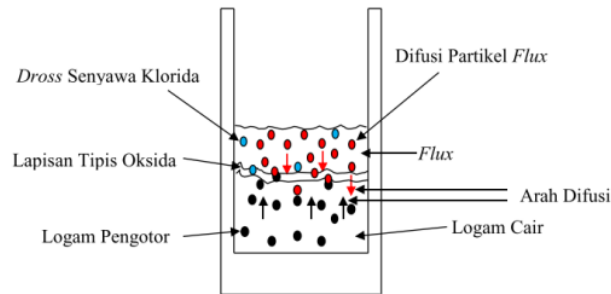
*Fluxing* adalah cara terbaik untuk mendapatkan logam bersih dengan mencegah pembentukan oksida yang berlebihan, menghilangkan inklusi non metalik dari lelehan aluminium, dan mencegah serta menghilangkan penumpukan oksida dari dinding tungku. Proses *fluxing* memiliki dua tujuan yaitu:

1. Untuk memisahkan logam pengotor dengan reaksi kimia

2. Memisahkan inklusi dari aluminium cair, baik melalui pengendapan maupun dengan metode flotasi di atas aluminium cair

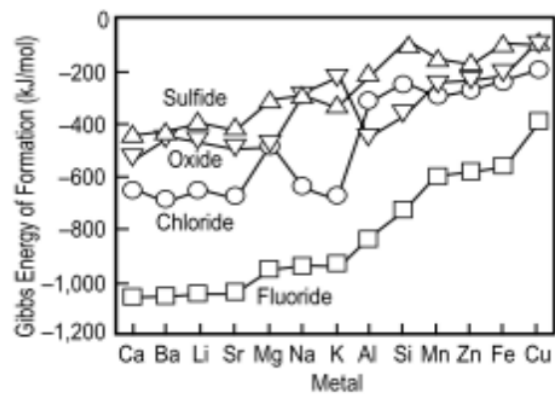
*Flux* yang digunakan yaitu senyawa Cl atau gas  $Cl_2$  pada peleburan *scrap* aluminium. Senyawa tersebut digunakan karena sangat mudah beraksi dengan logam pengotor pada aluminium, menghasilkan padatan stabil yang mengendap dan mengambang di antara aluminium cair (Bell, 2003). Teknik *fluxing* sering digunakan untuk menghilangkan pengotor (*impurities*) dalam leburan aluminium dan membentuk lapisan  $Al_2O_3$  karena penambahan *flux* untuk melindungi leburan aluminium. Pada proses *fluxing* umumnya tergantung pada temperatur. Temperatur harus cukup tinggi untuk memberikan kontak dan reaktivitas yang baik agar pemisahan dapat berjalan dengan baik.

Garam anorganik biasanya digunakan sebagai pelindung atau *cover fluxes*. Komposisi normal dari lapisan garam anorganik adalah (50:50) dari NaCl dan KCl (Oediyani *et al.*, 2017). *Cover flux* dapat digunakan selama proses peleburan untuk mengurangi oksidasi dengan membentuk lapisan protektif diantara leburan dan udara. *Cover flux* dapat juga digunakan untuk menghilangkan beberapa pengotor ketika elemen pada *flux* bereaksi dengan pengotor menjadikan pengotor bagian dari lapisan atas pada leburan. *Cover flux* dapat digunakan bersamaan dengan *fluxing* menggunakan gas untuk mengurangi terjadinya oksidasi dan terbentuknya gas buang beracun. Berikut skematik difusi partikel *flux* dalam mengikat logam pengotor pada Gambar 2.9.



**Gambar 2.9** Skematik Difusi Partikel *Flux* dalam Mengikat Logam Pengotor (Oedyani, Zain dan Juniarsih, 2017)

Utigard *et al* mengemukakan bahwa pengotor dalam aluminium dapat dihilangkan melalui penambahan flux dengan memanfaatkan prinsip energi bebas gibbs (Utigard *et al*, 1998). Pengotor pada aluminium umumnya logam alkali (litium, sodium, kalsium) dalam jumlah yang sangat kecil (<20 ppm) dan magnesium dalam konsentrasi yang besar (0,2-10%). Pada Gambar 2.10 energi bebas Gibbs standar pembentukan beberapa sulfida, oksida, klorida, dan fluorida.



**Gambar 2.10** Energi Bebas Gibbs Standar Pembentukan Beberapa Sulfida, Oksida, Klorida, dan Fluorida (Utigard *et al*, 1998)



Telah diketahui bahwa stabilitas senyawa meningkat seiring dengan meningkatnya nilai negatif dari energi bebas Gibbs pembentukan, maka secara termodinamik kestabilan senyawa secara berturut-turut dari fluorida > klorida > oksida > sulfida. Ketika Cl<sub>2</sub> dimasukkan ke dalam aluminium yang mengandung elemen logam lain, maka klorin akan bereaksi dengan logam pengotor. Hal yang sama pun terjadi pada fluorida. Li, Na, K, Ca, Mg, dan Ba bentuknya akan lebih stabil jika berada sebagai klorida dan fluoride daripada aluminium, sehingga dapat dihilangkan dengan penambahan Cl<sub>2</sub>, F<sub>2</sub>, atau SF<sub>2</sub>. Reaksi untuk magnesium adalah:



MgCl<sub>2</sub> akan berada dalam fasa cair di atas suhu 712°C; sifatnya yang kurang rapat daripada aluminium membuatnya akan mengambang di atas permukaan, sehingga dapat dipisahkan.

## 2.9 Aluminium

Aluminium adalah logam yang paling banyak terdapat di kerak bumi, dan unsur ketiga terbanyak setelah oksigen dan silikon. Aluminium terdapat di kerak bumi sebanyak kira-kira 8,07% hingga 8,23% dari seluruh massa padat dari kerak bumi, dengan produksi tahunan dunia sekitar 30 juta ton pertahun dalam bentuk bauksit dan bebatuan lain (corundum, gibbsite, boehmite, diaspor, dan lain-lain) (USGS). Perkembangan aluminium berdasarkan pada sifat yang ringan, tahan korosi, kekuatan dan keuletan yang cukup baik terutama aluminium paduan, mudah diproduksi dan bernilai ekonomis. Penggunaan aluminium sebagai bahan pembuat pesawat terbang memanfaatkan sifat ringan dan kuat (ASM, 1990).

Aluminium murni adalah logam yang lunak, tahan lama, ringan, dan dapat ditempa dengan penampilan permukaan bervariasi antara warna perak hingga abu-abu berdasarkan tingkat kekasaran permukaan. Nilai kekuatan tensil aluminium murni adalah 90 MPa, sedangkan aluminium paduan memiliki nilai kekuatan tensil berkisar 200-600 MPa. Aluminium memiliki berat sekitar satu pertiga baja. Tahan terhadap korosi pada fenomena pasivasi, yaitu terbentuknya lapisan aluminium oksida ketika aluminium terpapar dengan udara bebas. Lapisan aluminium oksida mencegah terjadinya oksidasi lebih jauh. Aluminium paduan dengan tembaga kurang tahan terhadap korosi akibat reaksi galvanik dengan paduan tembaga. Aluminium juga merupakan konduktor panas dan elektrik yang baik. Jika dibandingkan dengan massanya, aluminium memiliki keunggulan dibandingkan dengan tembaga, yang saat ini merupakan logam konduktor panas dan listrik yang cukup baik, namun cukup berat. Pada aluminium paduan, kandungan unsur yang berada di dalamnya dapat bervariasi tergantung jenis paduannya. Aluminium 2014, yang umum digunakan dalam penempaan, memiliki kandungan 4,5% Cu, 0,8% Si, 0,8% Mn, dan 1,5% Mg. Aluminium merupakan logam yang paling banyak terkandung di kerak bumi. Saat ini aluminium berkembang luas dalam banyak aplikasi industri seperti industri otomotif, rumah tangga, maupun elektrik, karena beberapa sifat dari aluminium itu sendiri, yaitu (Ross, 2013):

#### 1. Ringan

Aluminium memiliki sifat ringan, bahkan lebih ringan dari magnesium dengan densitas sekitar 1/3 dari densitas besi. Kekuatan dari paduan aluminium dapat mendekati dari kekuatan baja karbon dengan kekuatan

tarik 700 MPa (100 ksi). Kombinasi ringan dengan kekuatan yang cukup baik membuat aluminium sering diaplikasikan pada kendaraan bermotor, pesawat terbang, alat-alat konstruksi seperti tangga, maupun pada roket.

## 2. Mudah dalam pembentukannya

Aluminium merupakan salah satu logam yang mudah untuk dibentuk dan mudah dalam fabrikasi seperti *forging*, *bending*, *rolling*, *casting*, *drawing*, dan *machining*. Struktur kristal yang dimiliki aluminium adalah struktur kristal FCC (*Face Centered Cubic*), sehingga aluminium tetap ulet meskipun pada temperatur yang sangat rendah.

### 1. Tahan terhadap korosi

Aluminium tahan terhadap korosi karena fenomena pasivasi. Pasivasi adalah pembentukan lapisan pelindung akibat reaksi logam terhadap komponen udara sehingga lapisan tersebut melindungi lapisan dalam logam dari korosi. Hal tersebut dapat terjadi karena permukaan aluminium mampu membentuk lapisan alumina ( $Al_2O_3$ ) bila bereaksi dengan oksigen.

### 2. Konduktifitas panas tinggi

Konduktifitas panas aluminium tiga kali lebih besar dari besi, maupun dalam pendinginan dan pemanasan. Sehingga banyak digunakan pada radiator mobil, alat penukar kalor, alat-alat masak, dan komponen mesin.

### 3. Konduktifitas listrik tinggi

Konduktifitas listrik dari aluminium dua kali lebih besar dari pada tembaga dengan perbandingan berat yang sama. Sehingga sangat cocok digunakan dalam kabel transmisi listrik.

4. Tangguh pada temperatur rendah

Aluminium tidak menjadi getas pada temperatur rendah hingga – 100°C, bahkan menjadi lebih keras dan ketangguhan meningkat. Sehingga aluminium dapat digunakan pada material bejana yang beroperasi pada temperatur rendah.

5. Mudah didaur ulang (*recyclability*)

Aluminium mudah untuk didaur ulang, bahkan 30% produksi aluminium di Amerika berasal dari aluminium yang didaur ulang. Pembentukan kembali aluminium dari material bekas hanya membutuhkan 5% energi dari pemisahan aluminium dari bauksit.

Diantara kelebihan aluminium juga memiliki beberapa kekurangan yaitu kekuatan dan kekerasan yang rendah bila dibanding dengan logam lain seperti besi dan baja. Sifat-sifat fisik aluminium dapat ditunjukkan pada Tabel 2.4.

**Tabel 2.4** Sifat Fisik Aluminium (Aprillian, H. 2017)

<i>Element</i>	<i>Atomic Weight</i>	<i>Melting Point (°C)</i>	<i>Boiling Point (°C)</i>	<i>Latent Heat of Fusion (kJ/kg)</i>	<i>Latent Heat of Vaporization (kJ/kg)</i>	<i>Mean Specific Heat 0-100°C (cal/g°C)</i>	
Aluminium	26,97	660,4	2520	386,8	92,4	0,917	0,219

<i>Thermal Conductivity</i>	<i>Resistivity (ohm.cm at 20°C)</i>	<i>Density (g/cm<sup>3</sup>)</i>	<i>Brinell Hardness</i>	<i>Vol. Change on Melting</i>

(W/m.K)				(%)
238	2,67	2,70	17	6,6

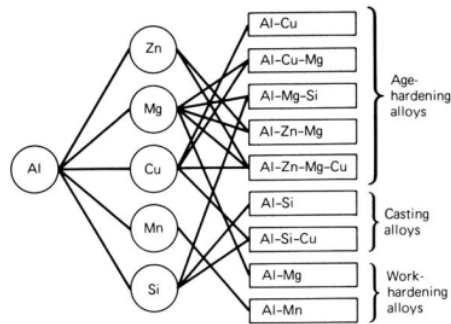
Berikut gambar slag pada aluminium pada Gambar 2.11.



**Gambar 2.11** Slag Aluminium

## 2.10 Aluminium dan Paduannya

Umumnya semua jenis logam memiliki kegunaan yang sempit pada kondisi murni, karena memiliki sifat yang tunggal. Oleh karena itu, dengan menambahkan elemen lain pada suatu material akan merubah sifat fisik maupun mekanik dari suatu material sehingga material tersebut lebih dapat diaplikasikan diberbagai keadaan, begitu juga dengan aluminium. Misalnya penambahan unsur tembaga pada aluminium akan meningkatkan kekerasan, namun mengurangi ketahanan terhadap korosi. Terdapat 15 unsur yang dapat dipadukan dengan aluminium, dan semuanya dapat merubah sifat fisik maupun mekanik dari aluminium. Paduan aluminium secara umum dapat dilihat pada Gambar 2.12 berikut ini (ASM, 1990).



**Gambar 2.12** Paduan Aluminium (ASM, 1990)

Bahan baku kaleng minuman aluminium tentunya adalah aluminium. Basis aluminium, untuk kaleng minuman sebagian besar terdiri dari aluminium, tetapi juga mengandung sedikit logam lain. Ini biasanya magnesium, mangan, besi, silikon, dan tembaga. Berikut gambar penyusun seri aluminium pada kaleng dapat dilihat pada Gambar 2.13.



**Gambar 2.13** Seri Penyusun Aluminium Bagian Komponen Kaleng

Pada Gambar 2.13 tutup terbuat dari paduan yang sedikit berbeda dari aluminium untuk alas dan sisi kaleng, kaleng minuman terbuat dari dua paduan aluminium (Alsaffar dan Bdeir, 2008):

1. Seri 3xxx (Al-Mn)

Pada seri ini contohnya 3004 sebagai tubuh kaleng

## 2. Seri 5xxx (Al-Mg)

Untuk seri 5 contohnya adalah 5182 digunakan sebagai tutup kaleng

Berikut ini adalah komposisi paduan aluminium kaleng minuman pada Tabel

2.5.

**Tabel 2.5** Komposisi Paduan Aluminium Kaleng Minuman

Paduan Al	% Komposisi		
	Al	Mn	Mg
3004	97,8	1,2	1,0
5182	95,2	0,35	4,5

### 2.11 Magnesium

Magnesium (Mg) telah dibuat secara industri dalam tahun 1930-an dengan jalan elektrolisa campuran kloridanya yang terfusiikan. Setelah itu pada tahun 1956 telah dikembangkan dalam industri suatu cara yang dinamakan cara *Pidgeon* dimana campuran dolomit yang dikalsinasikan dan ferrosilikon dalam bentuk bubuk direduksi dalam vakum pada temperatur tinggi. Ketahanan korosi pada magnesium mendekati ketahanan korosi paduan aluminium dan lebih baik dari ketahanan korosi baja lunak. Magnesium dapat dilihat pada Gambar 2.14.



**Gambar 2.14** Serbuk Magnesium (Diana, 2015)

Magnesium merupakan kation terbanyak ke empat di dalam tubuh dan kation terbanyak kedua di dalam intraseluler setelah potasium. Magnesium (Mg) mempunyai peranan penting dalam struktur dan fungsi tubuh manusia. Tubuh manusia dewasa mengandung kira-kira 25 gram magnesium. Total magnesium dalam tubuh laki-laki dewasa diperkirakan 1 mol (24 g).

<sup>1</sup> Magnesium adalah unsur yang dapat meningkatkan nilai kekuatan dan kekerasan pada kondisi perlakuan panas. Dalam pembuatan komposit, magnesium berfungsi sebagai *wetting agent* untuk meningkatkan pembasahan antara matrik dan penguat dengan cara menurunkan tegangan permukaan antara keduanya dan menghaluskan butiran kristal secara efektif pada aluminium. Selain itu, magnesium meningkatkan ketahanan terhadap korosi paduannya namun menurunkan sifat mampu cor dan meningkatkan kekuatan serta kekerasan. Penambahan magnesium (Mg) digunakan untuk meningkatkan daya lekat dan mampu basah antar material komposit dan menghaluskan butir. Magnesium yang digunakan jenis magnesium dengan kadar kemurnian sebesar 98,5%, supaya paduan cepat tercampur dan magnesium (Mg) yang digunakan berupa serbuk (Prabowo, 2016).

## 2.12 Titanium

Titanium adalah jenis logam transisi yang banyak digunakan dalam sektor biomaterial dikarenakan sifat mekanik yang mendukung. Logam ini tidak beracun dan memiliki ketahanan korosi yang baik sehingga tidak bereaksi jika diimplan ke dalam tubuh manusia. Titanium diklasifikasi sebagai biomaterial *inert* yang aman secara biologis. Hal ini berarti pada dasarnya tidak mengalami perubahan apapun



ketika diimplan dalam tubuh manusia. Tubuh manusia mampu mendeteksi keadaan material asing yang mencoba untuk mengisolasi material tersebut dengan membungkusnya dalam selaput jaringan (Oldani and Dominguez, 2012).

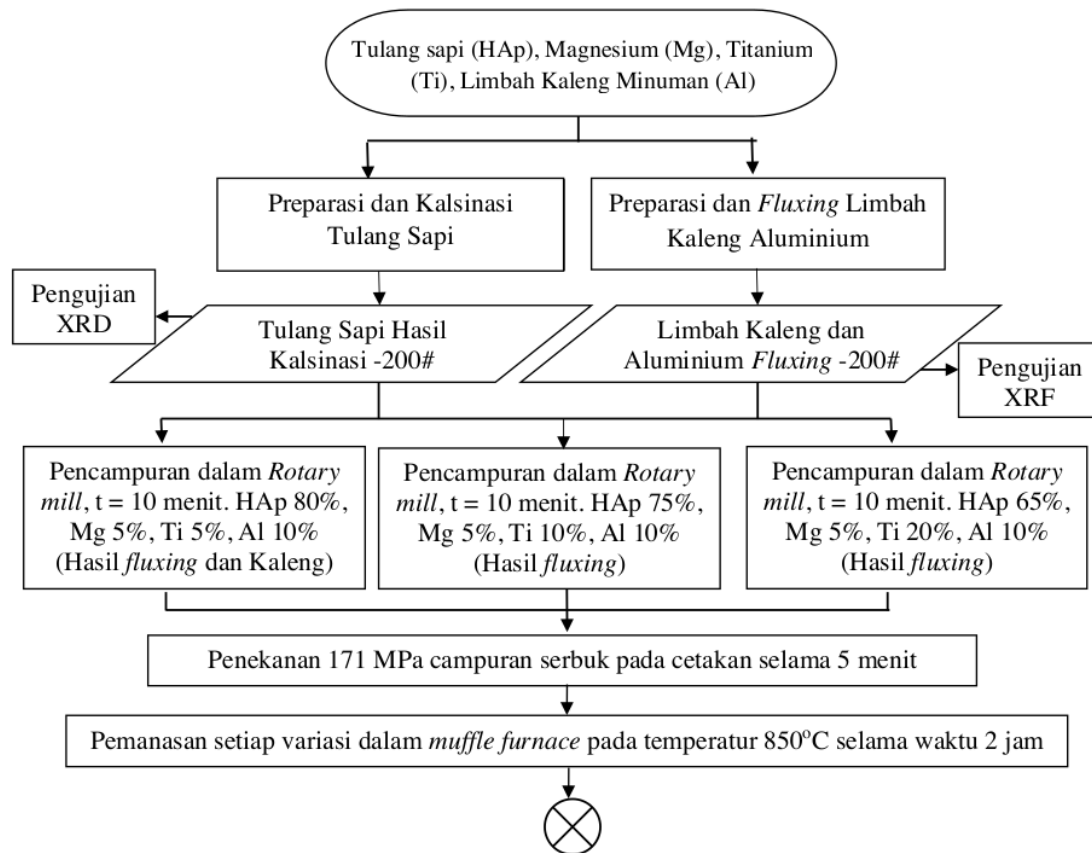
Saat ini, titanium dan paduan titanium digunakan dalam aplikasi biomedis. Beberapa adalah titanium CP digunakan sebagai implan gigi, pelapis permukaan gigi, gigi tiruan baik sebagian maupun lengkap dan kabel ortodontik. Sedangkan paduan tempa Ti dengan Ni dan Ti dengan Molybdenum digunakan untuk kabel ortodontik. Selain digunakan sebagai biomaterial logam, titanium juga digunakan sebagai penguat dalam komposit. Penambahan titanium dalam komposit dikarenakan titanium memiliki densitas rendah, berkekuatan tinggi memiliki ketahanan korosi yang tinggi, serta memiliki sifat biokompatibilitas (Balbinotti, 2011).

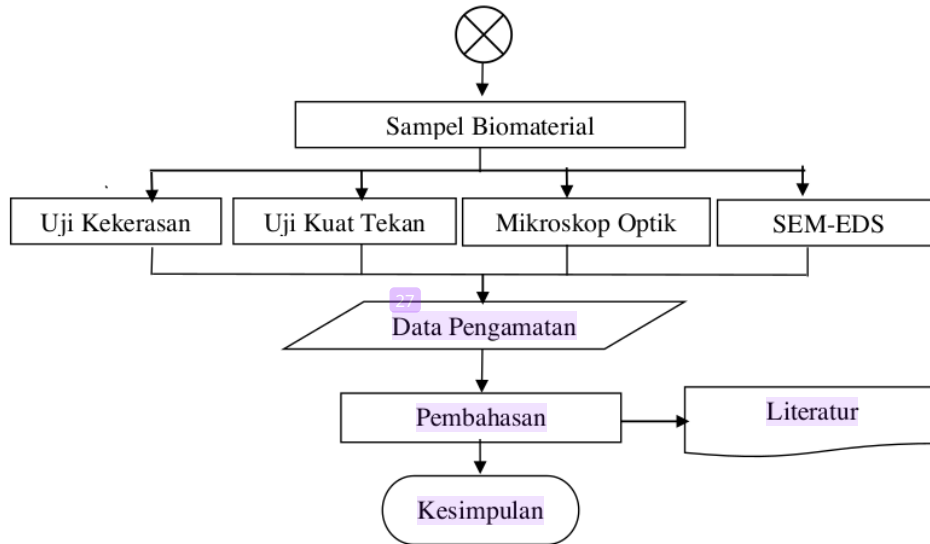
### Bab III

## Metode Penelitian

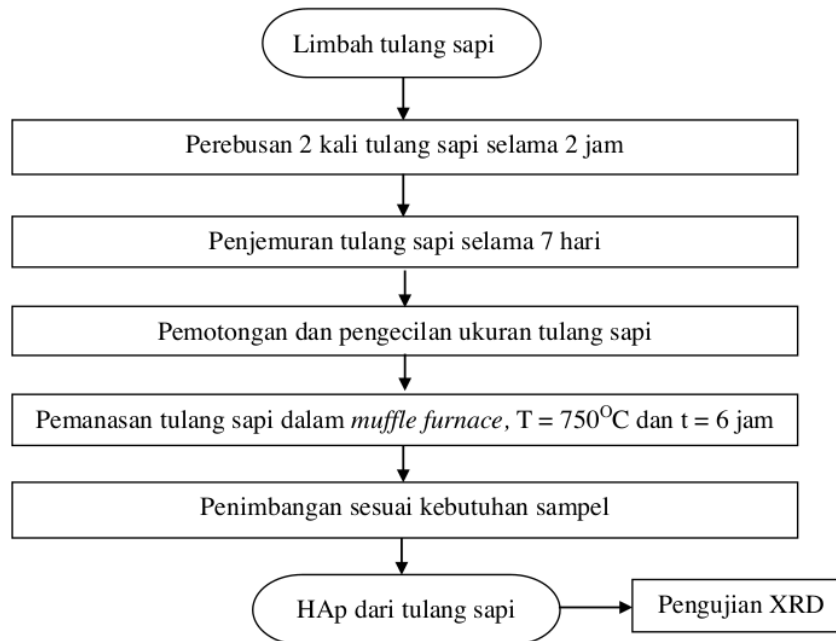
### 3.1 Diagram Alir

Berikut gambaran diagram alir proses penelitian diantaranya pembuatan sampel, preparasi tulang menggunakan proses kalsinasi dan preparasi limbah kaleng menggunakan metode *fluxing* yang dapat dilihat pada Gambar 3.1, 3.2 dan 3.3. Untuk diagram alir RSM dapat dilihat pada Gambar 3.4.

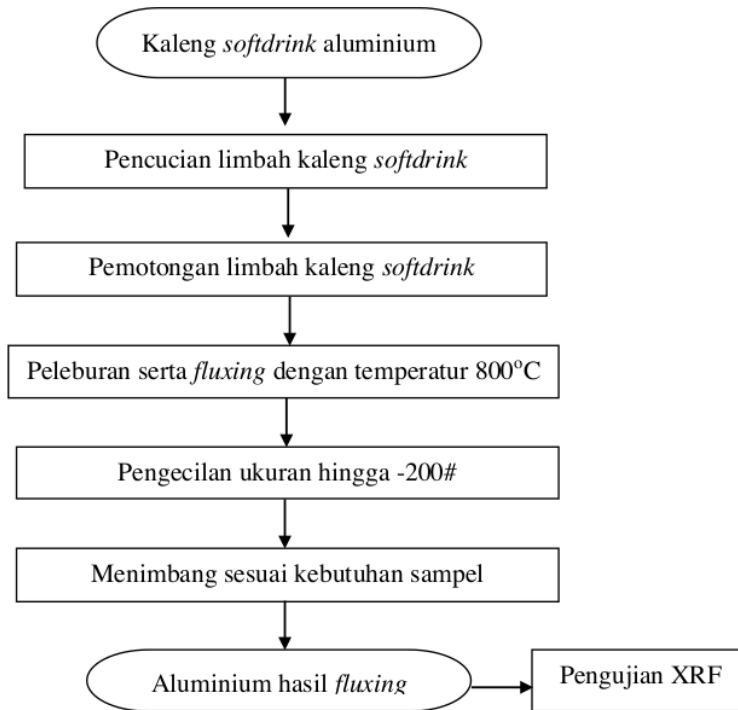




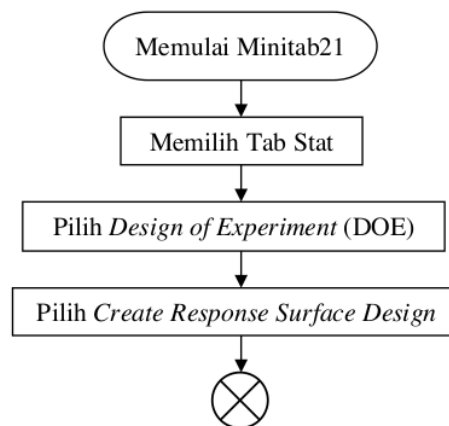
**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

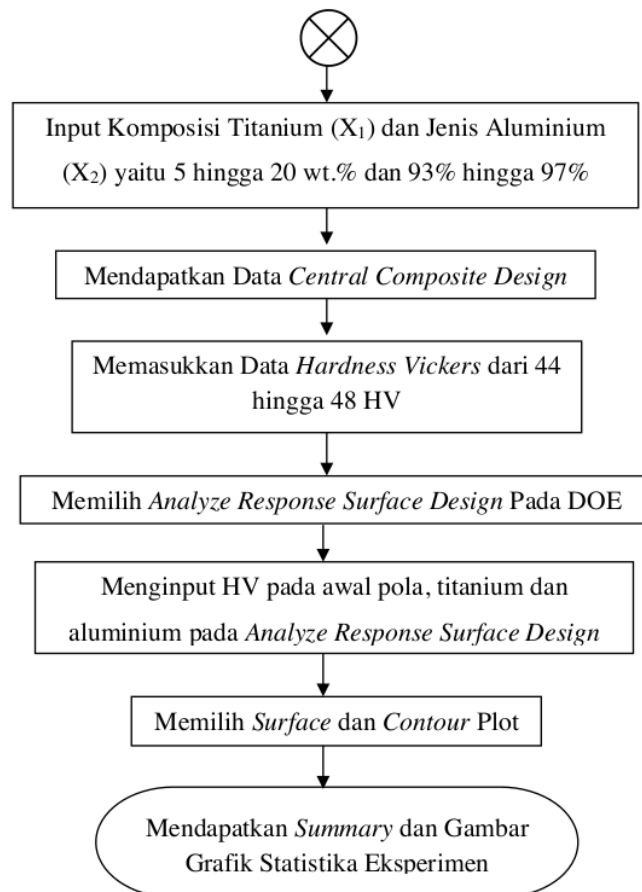


**Gambar 3.2** Diagram Alir Subproses Preparasi dan Kalsinasi Tulang Sapi



**Gambar 3.3** Diagram Alir Subproses Preparasi dan *Fluxing* Limbah Kaleng Aluminium





**Gambar 3.4** Diagram Alir RSM

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

1. Cawan Porselen
2. Alumina
3. *Sieving*

4. *Muffle furnace*
5. *Induction furnace*
6. Sarung tangan
7. Penjepit
8. Cetakan SIS
9. Cetakan kompaksi
10. Cetakan pengecoran
11. Mesin *hydraulic press* CH-4346
12. Neraca digital
13. *Disc mill*
14. *Rotary mill*
15. *X-ray diffraction* MiniFlex 600 Rigaku
16. *X-ray fluorescence* Nex-QC Rigaku
17. MHVS-1000AT Nobel
18. Universal Testing Machine (UTM) INSTRON 5982
19. Mikroskop Nikon Eclipse LV-150

### <sup>12</sup> 3.2.2 **Bahan**

Berikut merupakan bahan yang digunakan dalam penelitian ini,

yaitu:

1. Kaleng aluminium
2. Serbuk magnesium
3. Serbuk titanium
4. Tulang sapi

5. NaCl dan KCl

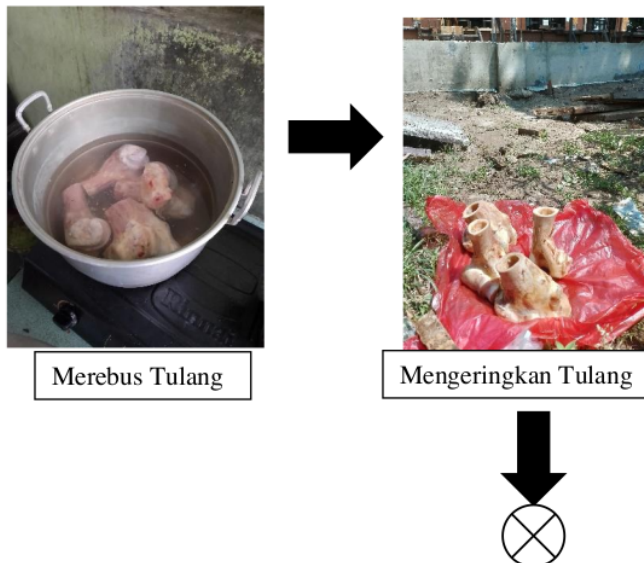
### 3.3 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur yang dilakukan pada penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan yaitu:

#### 3.3.1 Preparasi dan Kalsinasi Limbah Tulang Sapi

1. Merebus limbah tulang sapi selama 2 jam sebanyak 2 kali lalu menjemur selama 7 hari untuk menghilangkan darah, sisa daging dan lemak yang masih menempel di tulang.
2. Memotong tulang yang sudah kering.
3. Memasukkan tulang sapi ke cawan porselen kemudian masukkan ke dalam *muffle furnace* dengan temperatur 750°C selama 6 jam.
4. Menimbang sesuai kebutuhan sampel.

Berikut merupakan gambaran preparasi tulang dan kalsinasi pada penelitian ini yang dapat dilihat pada Gambar 3.5 :





**Gambar 3.5** Skematik Kalsinasi Limbah Tulang Sapi

### 3.3.2 Preparasi dan *Fluxing* Limbah Kaleng Alumunium

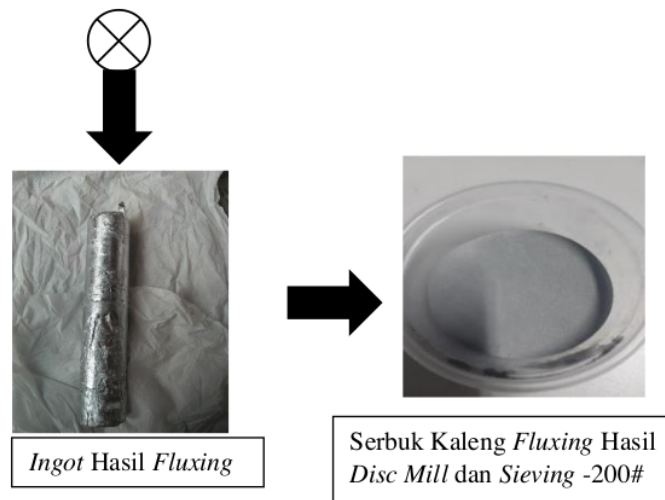
1. Mencuci limbah kaleng dengan sabun dan mengeringkan.
2. Memotong kaleng *softdrink* hingga berukuran 1x1 cm.



3. Melakukan peleburan dengan temperatur  $800^{\circ}\text{C}$  dalam *cruicible* dengan penambahan *flux* NaCl dan KCl dengan perbandingan 1:1.
4. Memisahkan *dross* dan menuangkan lelehan aluminium ke dalam cetakan.
5. Mengecilkan ukuran hingga ukuran partikel -200#.
6. Menimbang sesuai kebutuhan sampel.

Berikut merupakan gambaran preparasi limbah kaleng dan *fluxing* aluminium yang dapat dilihat pada Gambar 3.6



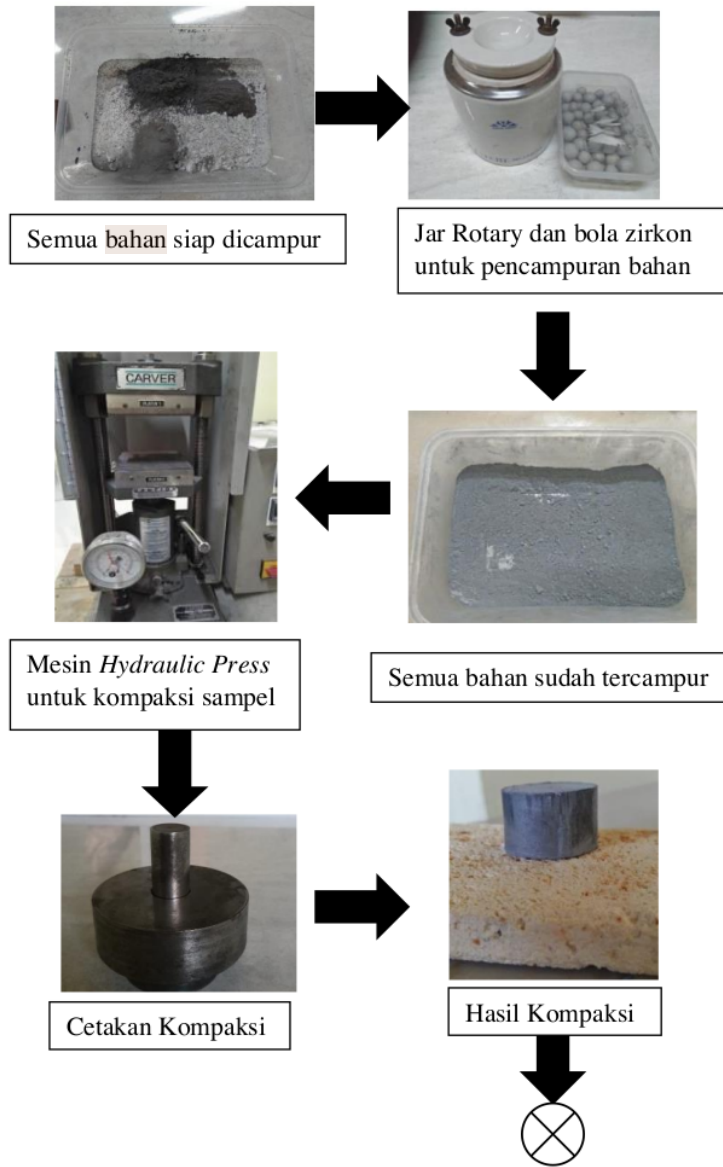


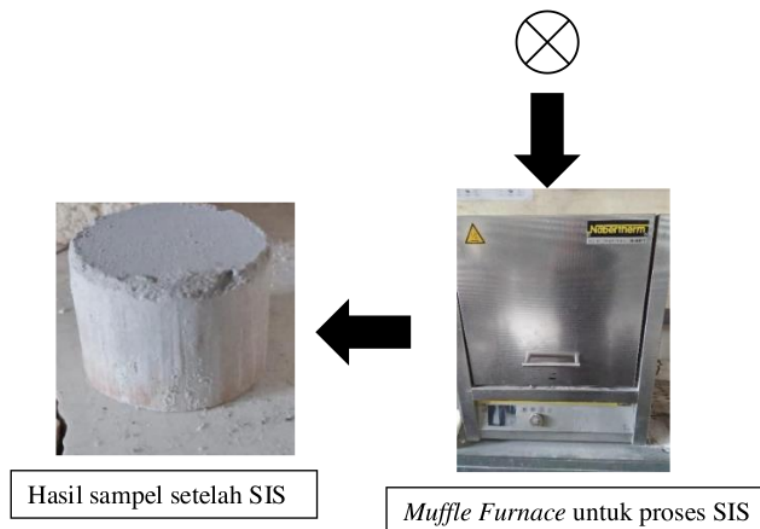
**Gambar 3.6** Skematik *Fluxing* Limbah Kaleng Aluminium

### 3.3.3 Pembuatan Sampel SIS

1. Melakukan pencampuran dengan komposisi 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 5 wt.% Ti : 10 wt.% Al (kaleng), 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 5 wt.% Ti : 10 wt.% Al (*fluxing*), 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 10 wt.% Ti : 10 wt.% Al (*fluxing*), dan 80 wt.% HAp : 5 wt.% Mg : 20 wt.% Ti : 10 wt.% Al (*fluxing*)
2. Memasukkan campuran komposit ke dalam cetakan kompaksi kemudian ditekan ditekan dengan tekanan 171 MPa selama 5 menit.
3. Memasukkan campuran komposit hasil kompaksi ke dalam cetakan SIS kemudian memasukkan ke dalam *muffle furnace* pada temperatur 850°C selama 2 jam.
4. Melakukan metode SIS pada masing-masing sampel.

Berikut gambaran pembuatan sampel komposit pada penelitian ini yang dapat dilihat pada Gambar 3.7.





**Gambar 3.7** Skematik Pembuatan Sampel Komposit

### 3.3.4 Prosedur Pengujian Sampel

#### 3.3.4.1 Karakterisasi *X-Ray Diffraction*

Pengujian karakterisasi ini digunakan *X-ray diffraction* mengacu pada standar ASTM F2024. Anoda *x-ray* berupa *copper* (tembaga) dengan  $2\theta$  dari 0 sampai  $80^{\circ}$ . Karakterisasi *x-ray* ini digunakan yang bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari hasil proses sampel hidroksiapatit. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis menggunakan *software High Score Plus* dan *Origin*. Alat yang digunakan pada karakterisasi ini adalah *X-Ray Diffraction* MiniFlex 600 Rigaku seperti pada Gambar 3.8.



**Gambar 3.8** X-Ray Diffraction Miniflex 600 Rigaku

### 3.3.4.2 Pengujian X-Ray Fluorescence

Fluoresensi sinar-X merupakan salah satu alat yang digunakan untuk analisis unsur yang terkandung dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisa kualitatif menghasilkan informasi unsur yang terkandung pada bahan yang ditunjukkan adanya spektrum unsur pada sinar-X sedangkan Analisa kuantitatif menghasilkan informasi jumlah unsur yang terkandung pada bahan yang ditunjukkan ketinggian pucuk spektrum. Serbuk limbah kaleng minuman dan serbuk hasil *fluxing* disiapkan dengan menggunakan instrument X-Ray Fluorescence yang mengacu pada standar ASTM E1621-13. Sampel diletakkan pada preparat pengujian. Pengujian XRF dilakukan dengan cara menembakkan radiasi foton elektromagnetik pada sampel yang diuji. Radiasi elektromagnetik yang dipancarkan akan berinteraksi dengan elektron pada kulit bagian dalam suatu unsur untuk menghasilkan sinar-X. Pengujian ini menggunakan alat X-Ray Fluorescence Nex-QC Rigaku seperti pada Gambar 3.9.



**Gambar 3.9** X-Ray Fluorescence Nex-QC Rigaku

### 5 3.3.4.3 Pengujian Kekerasan (Uji *Vickers Hardness*)

Pada Penelitian ini dilakukan pengujian kekerasan dengan standar ASTM E92 menggunakan alat *micro hardness vickers* tipe MHVS-1000AT Nobel dengan load mulai dari 0,0-1 kgf. Sebelum melakukan pengujian, terlebih dahulu melakukan preparasi sampel, dilakukan dengan mengamplas sampel terlebih dahulu hingga permukaan menjadi halus. Setelah selesai mengamplas lalu masuk ke tahap pengujian, diawali dengan menandai sampel dengan titik tinta, setelah itu mikroskop diarahkan ke sampel. Kemudian sampel dilakukan indentasi yang dapat dilihat pada Gambar 3.10.

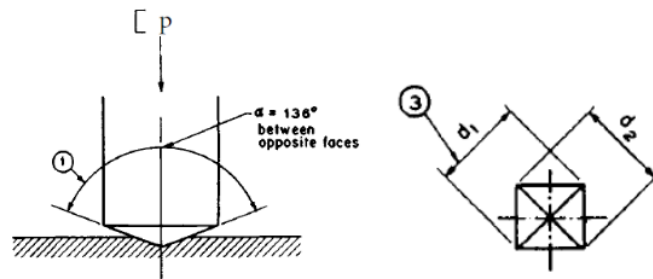


**Gambar 3.10** Alat Uji *Micro Hardness Vickers*

Berdasarkan standar ASTM E92, nilai kekerasan dapat diperoleh berdasarkan persamaan berikut:

$$HV = \frac{2P \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = \frac{1,854 P}{d^2} \dots\dots\dots(3.1)$$

Dimana dapat diketahui bahwa uji kekerasan *Hardness Vickers* (HV) dilakukan melalui penekanan indentor piramida seperti pada Gambar 3.11.



**Gambar 3.11** Skematik Uji Kekerasan HV ASTM E92

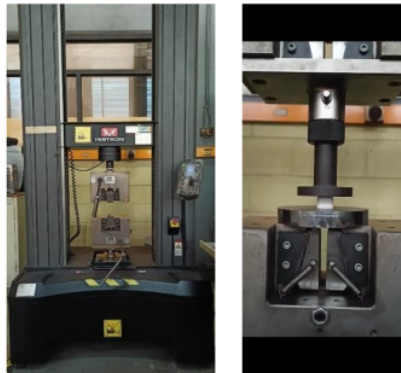
Sehingga tanda pada sampel yang berbentuk diagonal dapat diamati dengan mikroskop, kemudian dapat dicari rata-rata dengan persamaan sebagai berikut:

$$d = \frac{d1 + d2}{2} \dots\dots\dots (3.2)$$

### 3.3.4.4 Penguujian Kuat Tekan

Pada penelitian ini dilakukan penguujian kuat tekan dengan standar ASTM D1621 menggunakan alat *Universal Testing Machine* (UTM) INSTRON 5982 dengan kapasitas 100 kN. Prosedur pengujiannya dengan cara mengampelas sampel terlebih dahulu, setelah itu dilakukan pengukuran

diameter dan tinggi sampel. Kemudian sampel diletakkan pada *lower plate* mesin uji, tekanan diberikan searah vertikal hingga sampel hancur yang dapat dilihat pada Gambar 3.12.



**Gambar 3.12** Uji Kuat Tekan dengan *Universal Testing Machine*

Setelah dilakukannya pengujian menggunakan alat UTM 100 kN, dapat dihitung nilai uji tekan berdasarkan persamaan berikut.

$$\text{Kuat Tekan} = \frac{F}{A} \dots(3.1)$$

Dengan persamaan di atas, maka akan dapat menghitung nilai kuat tekan dengan cara membagi besarnya beban maksimum sampel yang dapat diterima (F) yang memiliki satuan N dengan luas penampang sampel (A) yang memiliki satuan mm<sup>2</sup>. Setelah itu, didapatkan nilai kuat tekan yang memiliki satuan N/mm<sup>2</sup>, di mana 1 N/mm<sup>2</sup> sama dengan 1 MPa.

#### **3.3.4.5** Pengamatan Struktur Mikro

Pengamatan metalografi secara mikro pada sampel dilakukan dengan pengamatan menggunakan alat Mikroskop Nikon Eclipse LV-150



dengan maksimum pembesaran 1000x. Sebelum diamati, sampel dipreparasi terlebih dahulu sehingga hasil visual permukaan sampel dapat diamati dengan baik. Preparasi dilakukan dengan cara mengamplas permukaan sampel hingga halus. Pengamatan struktur mikro ini bertujuan untuk mengetahui bentuk struktur mikro dari permukaan sampel yang terbentuk. Alat yang digunakan pada pengamatan struktur mikro yang dapat dilihat pada Gambar 3.13.



**Gambar 3.13** Mikroskop Nikon Eclipse LV-150

#### **3.3.4.6 Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)**

Sampel dilakukan pengamatan menggunakan Hitachi SU3500 yang mempunyai percepatan energi 15kV dan dilengkapi detektor EDS yang mampu mengidentifikasi komposisi unsur paduan. Gambar yang diambil pada SEM adalah bagian surface ini untuk mengamati morfologi permukaan dan rongga pada sampel. Alat yang digunakan pada SEM-EDS dapat dilihat pada Gambar 3.14.



**Gambar 3.14** Hitachi SU3500

## **Bab IV**

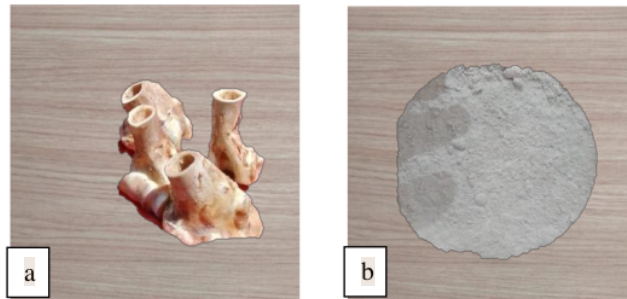
### **Hasil dan Pembahasan**

#### **4.1 Karakterisasi Limbah Tulang Sapi dan Kaleng Aluminium**

Penelitian menggunakan limbah tulang sapi sebagai bahan baku hidroksiapatit melalui proses kalsinasi. Proses preparasi sebelum kalsinasi tulang sapi yaitu tulang sapi direbus menggunakan air selama 2 jam dan mengulang proses perebusan tulang sapi selama 2 jam untuk menghilangkan sisa lemak yang tersisa pada tulang sapi serta mempermudah pengelupasan kotoran mikroskopik. Tulang sapi dicuci dengan air yang mengalir dan dibersihkan untuk menghilangkan sisa daging, sumsum dan jaringan lainnya. Lalu mengulangi proses perebusan dengan penggantian air yang baru. Kemudian, dikeringkan dengan dijemur untuk menguapkan air setelah proses pencucian dan pembersihan tulang sapi. Proses penjemuran dilakukan selama tujuh hari supaya tulang dipastikan kering hingga tidak tersisa air. Tulang dipotong menjadi ukuran yang lebih kecil dan dilakukan proses kalsinasi.

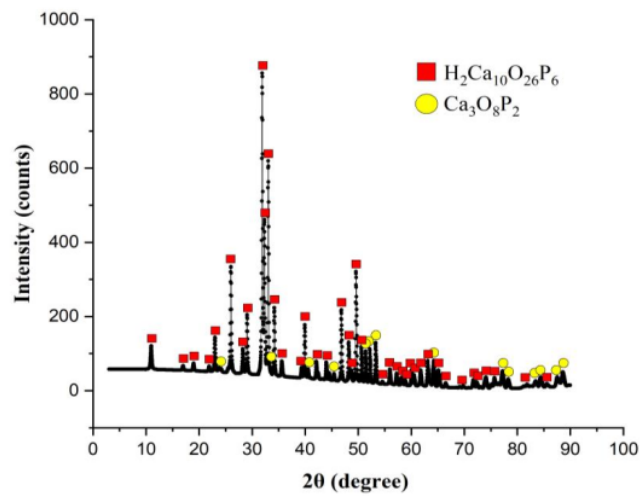
Tulang sapi berukuran kecil dikalsinasi dengan cara dimasukkan ke dalam krusibel alumina sebanyak 10 gram, lalu dipanaskan di dalam *furnace*. Proses kalsinasi bertujuan untuk mengeliminasi segala komponen organik penyusun tulang sapi, sehingga hanya menyisakan hidroksiapatit (HAp) saja. Proses kalsinasi menggunakan *muffle furnace* dengan temperatur 750°C selama 6 jam dan didinginkan secara perlahan hingga temperatur ruang. Proses kalsinasi didapatkan

hasil produk yaitu tulang sapi berkarakteristik berwarna putih. Visual hasil dapat dilihat pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1** Tulang sapi sebelum kalsinasi (a) dan setelah kalsinasi (b)

Karakterisasi pada tulang setelah kalsinasi diperlukan untuk mendapatkan senyawa hidroksiapatit, setelah pengamatan visual dari perubahan warna pada tulang dilakukan kemudian karakterisasi menggunakan *software High Score Plus* (HSP) dan *Origin*. Data hasil karakterisasi XRD hidroksiapatit dari hasil kalsinasi tulang sapi yang dapat dilihat pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2** Hasil XRD Kalsinasi Tulang Sapi

Hasil tersebut berada pada sudut  $2\theta$  sebesar  $31.917^\circ$  dan memiliki *Goodness Of Fit* (GOF) sebesar 2,8. Selain preparasi tulang sapi, dilakukan preparasi limbah kaleng aluminium pada penelitian ini. Prosedur preparasi yang dilakukan yaitu mencuci limbah kaleng dengan air dan sabun untuk menghilangkan pengotor yang menempel dan dilanjut dengan menjemur kaleng supaya kering dan tidak tersisa air yang tertinggal setelah proses pencucian kaleng. Kemudian kaleng yang kering dipotong menjadi ukuran  $1 \times 1 \text{ cm}^2$  untuk memudahkan proses *milling*. Proses *milling* dengan menggunakan alat *disc mill* hingga ukurannya menjadi -200# (200 mesh).

Kaleng aluminium dilakukan proses perlakuan pemurnian menggunakan metode *fluxing*. Sebelum proses *fluxing*, kaleng aluminium yang digunakan dipreparasi terlebih dahulu dengan tahapan yang sama dengan preparasi kaleng aluminium tanpa perlakuan hingga sampai tahap pengecilan ukuran. Preparasi kaleng dilebur dengan suhu  $800^\circ\text{C}$  dengan rentang waktu 10 menit hingga 15 menit. *Slag* yang muncul ke permukaan lelehan diangkat. Kemudian *flux* ditambahkan dan ditunggu kembali sampai *flux* tersebut bereaksi dengan lelehan aluminium. Setelah beberapa menit, *slag* kedua kembali muncul ke permukaan lelehan aluminium lalu diangkat. *Slag* yang tersisa telah tidak ada maka lelehan aluminium dicetak menjadi batangan dan dihaluskan menggunakan *disc mill*. Sebelum penghalusan batangan aluminium dengan *disc mill* dilakukan pengecilan ukuran serbuk untuk memudahkan proses penghalusan menggunakan *disc mill*. Batangan aluminium diambil *scrap* menggunakan mesin bubut, setelah batangan aluminium menjadi

*scrap* dilanjutkan dengan penghalusan menggunakan alat *disc mill* hingga ukurannya menjadi -200# (200 mesh).

Proses pemurnian menggunakan metode *fluxing* memanfaatkan prinsip peleburan ulang dengan menambahkan *flux*, pada penelitian ini *flux* yang digunakan adalah NaCl dan KCl. Penambahan *flux* sejumlah 10% dari berat kaleng aluminium yang akan dilebur dengan perbandingan *flux* 1:1. *Flux* ini dapat mengikat serta mengangkat pengotor yang terdapat pada lelehan aluminium, selanjutnya menuju permukaan dengan memanfaatkan prinsip energi bebas Gibbs. Berikut merupakan hasil XRF limbah kaleng aluminium dan aluminium hasil *fluxing* yang dapat dilihat pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1** Hasil XRF Limbah Kaleng Aluminium dan Aluminium Hasil *Fluxing*

Unsur	Persentase (%)	
	Kaleng Aluminium	Aluminium Hasil <i>Fluxing</i>
Al	93,15	97,04
Mg	3,5	1,03
Mn	1,51	0,59
Fe	0,51	0,42
Si	0,43	0,39
Cu	0,38	0,28
Cr	0,34	0,15
Zn	0,18	0,1

Berdasarkan hasil analisa XRF pada Tabel 4.1 di atas dapat diketahui bahwa terjadi peningkatan kadar logam aluminium setelah dilakukan proses pemurnian dari 93,15% menjadi 97,04%. Selain kandungan aluminium terjadi peningkatan, terjadi penurunan pada *impurities* kadar logam lain di dalam limbah kaleng

aluminium. Hal ini disebabkan terdapat perbedaan seri aluminium pada kaleng mengakibatkan berbeda pula logam pemuatan di dalamnya. Kadar Mg setelah dilakukan proses *fluxing* berkurang sebanyak 1,03% hal tersebut karena logam magnesium termasuk unsur yang paling reaktif dari pengotor lain. Terjadi pengurangan kadar logam magnesium dalam paduan aluminium dapat dilakukan dengan mereaksikan senyawa klorida atau oksidasi pada permukaan logam cair (Vieira, 2012).

#### 4.2 Hasil Penelitian

Penelitian menggunakan bahan hidroksiapatit, aluminium, berpenguat magnesium, dan titanium yang memiliki ukuran 200 mesh (-200#), bertujuan untuk membentuk matriks komposit keramik. Serbuk hidroksiapatit sebagai matriks didapat dari hasil kalsinasi tulang sapi. Aluminium dan titanium sebagai *reinforce* (penguat) serta magnesium sebagai *wetting agent* (agen pembasah). Penelitian menggunakan metode *Self-Propagating Intermediate Temperature Synthesis (SIS)*. Penelitian diawali dengan proses *sieving* pada hidroksiapatit, aluminium, magnesium dan titanium hingga ukuran -200#. Proses *sieving* ini dilakukan untuk menghasilkan distribusi ukuran partikel yang lebih seragam sehingga *compressability*-nya meningkat (Hlostá and Necas, 2016). Setelah *sieving* selanjutnya dilakukan proses *mixing* semua bahan menggunakan *rotary mill*. *Rotary mill* ini bertujuan supaya semua bahan menjadi homogen.

Setelah sampel menjadi homogen lalu dimasukkan ke dalam *molding* kompaksi untuk dilakukan proses kompaksi. Proses ini bertujuan untuk membuat

bentuk pada serbuk serta memadatkan supaya tidak hancur jika komposit tersebut dipanaskan di dalam *furnace*. Setelah melakukan proses kompaksi dan sampel menjadi berbentuk dan padat, proses SIS dilakukan pada temperatur 850<sup>0</sup>C selama 2 jam. Sebelum proses SIS, diperlukan cetakan khusus untuk memasukkannya ke dalam *furnace*. Cetakan khusus berfungsi untuk memfokuskan aliran panas dalam *furnace* ke satu sisi sehingga distribusi panas yang diberikan pada sampel menjadi merata.

Sampel kemudian dilanjutkan ke pengujian dan didapatkan data hasil. Penelitian ini menghasilkan komposit hidroksiapatit dengan parameter persen komposisi penambahan titanium dan proses *fluxing* dan *non-fluxing* pada limbah kaleng aluminium. Tabel 4.2 di bawah menyajikan data hasil percobaan untuk setiap sampel berupa nilai kekerasan dan kuat tekan.

**Tabel 4.2** Data Hasil Pengujian Sampel

<b>Penamaan Sampel (HAp:Al:Mg:Ti)</b>	<b>Persen Massa Titanium</b>	<b>Perlakuan pada Limbah Kaleng</b>	<b>Nilai Kekerasan (HV)</b>	<b>Nilai Kuat Tekan (MPa)</b>
Sampel A (80:10:5:5)	5	Tanpa <i>Fluxing</i>	44,4276	28,44
Sampel B (80:10:5:5)	5		45,2866	29,74
Sampel C (75:10:5:10)	10	<i>Fluxing</i>	48,0202	30,22
Sampel D (65:10:5:20)	20		48,8031	33,58

Pada Tabel 4.2 menunjukkan nilai kekerasan rata rata dari setiap sampel pada tiga titik yang dilakukan dengan indentasi pembebanan 100 gf. Sedangkan untuk nilai kuat tekan sampel dilakukan pembebanan 100 kN secara menyeluruh. Pada



penelitian ini pengaruh jenis aluminium dan variasi komposisi titanium terhadap sifat mekanik yang dihasilkan pada percobaan yaitu nilai kekerasan dan kuat tekan komposit biomaterial berbasis hidroksiapatit. Berdasarkan hasil didapatkan dan dianalisa untuk variasi jenis aluminium didapatkan nilai kekerasan dan kuat tekan tertinggi pada jenis aluminium *fluxing* yaitu sebesar 45,28 HV dan 29,74 MPa, sedangkan nilai terendah pada jenis aluminium kaleng yaitu sebesar 44,42 HV dan 28,44 MPa. Sedangkan untuk variasi komposisi titanium, dengan komposisi terendah yaitu 5 wt.% Ti mendapatkan nilai kekerasan dan kekuatan yang terendah yaitu sebesar 45,28 HV dan 29,74 MPa. Sedangkan untuk komposisi titanium tertinggi yaitu 20 wt.% Ti mendapatkan nilai kekerasan dan kuat tekan sebesar 48,8 HV dan 33,58 MPa.

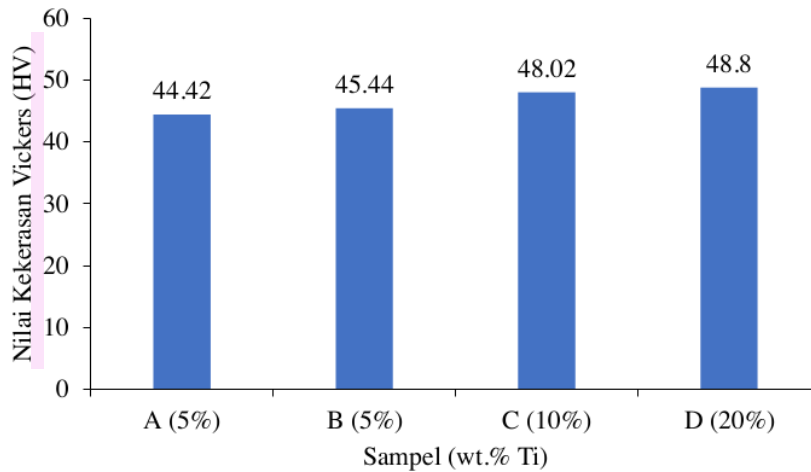
Pada hasil tersebut dapat diketahui bahwa persen komposisi titanium yang sama tetapi salah satu sampel dilakukan perlakuan pemurnian untuk kaleng aluminium terlebih dahulu yaitu pada sampel A dan B. Terlihat bahwa dengan adanya suatu proses *fluxing* atau pemurnian dapat menaikkan nilai kekerasan serta kuat tekan pada sampel. Hal ini disebabkan kandungan aluminium yang bertambah sehingga ikatan aluminium sebagai penguat dalam penelitian ini semakin kuat yang menghasilkan meningkatnya sifat mekanik (Peter P, 2020).

#### **4.3 Pengaruh Komposisi Titanium dan Jenis Aluminium terhadap Nilai**

##### **97 Kekerasan**

Salah satu sifat mekanik yang menentukan kualitas dari suatu komposit adalah nilai kekerasan. Oleh karena itu, dilakukan pengujian kekerasan untuk mengetahui kualitas dari komposit pada beberapa sampel. Pada penelitian ini, nilai

kekerasan yang diperoleh dari masing-masing sampel dipengaruhi oleh logam Ti. berikut menunjukkan pengaruh komposisi logam Ti terhadap nilai kekerasan sampel yang ditunjukkan pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3** Pengaruh Jenis Aluminium dan Variasi Ti Terhadap Nilai Kekerasan

Dapat dilihat pada Gambar 4.3 menunjukkan grafik nilai kekerasan pada setiap sampel komposit hidroksiapatit. Gambar 4.3 menunjukkan nilai kekerasan tertinggi terdapat pada sampel D dengan komposisi titanium sebesar 20% memiliki nilai kekerasan 48,8 HV, sedangkan nilai kekerasan terendah terdapat pada sampel B dengan komposisi titanium sebesar 5% memiliki nilai kekerasan 45,44 HV. Berdasarkan grafik pada gambar tersebut dapat diketahui bahwa penambahan unsur titanium mampu meningkatkan kekerasan dari material komposit hidroksiapatit. Hal ini terjadi karena logam titanium bertindak sebagai penguat atau pengikat antara material keramik hidroksiapatit serta dalam proses sinter dapat berperan

untuk kekakuan sampel ketika titanium ditambahkan ke dalam material komposit hidroksiapatit ini.

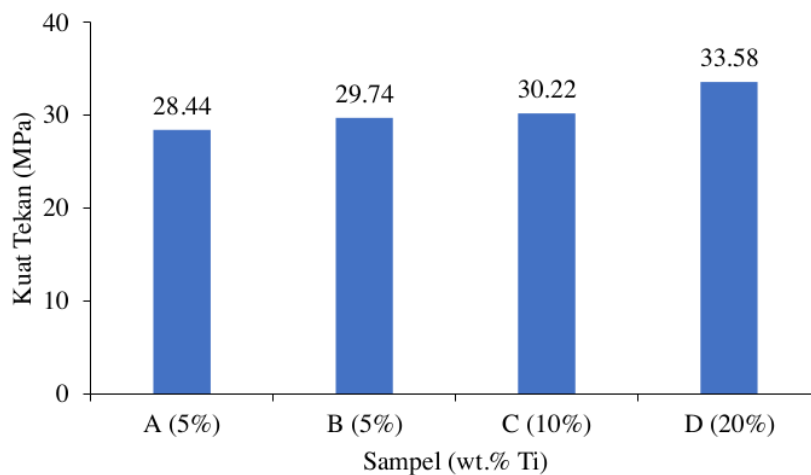
Pada Gambar 4.3 juga terlihat bahwa sampel yang menggunakan aluminium kaleng tanpa perlakuan *fluxing* memiliki nilai kekerasan yang lebih rendah yaitu sebesar 44,42 HV. Sedangkan aluminium kaleng dengan *fluxing* memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan aluminium kaleng yaitu sebesar 45,28 HV. Hal ini terjadi karena aluminium *fluxing* memiliki komposisi aluminium yang lebih tinggi. Komposisi aluminium yang lebih tinggi menyebabkan ikatan yang terjadi antara aluminium dan material penyusun yang lain lebih kuat (Peter P *et al*, 2020). Menurut ASTM F138 yaitu standar untuk biomaterial mengatakan bahwa untuk nilai kekerasan yang baik untuk diaplikasikan sebagai implan pada tulang kortikal yaitu di atas 40 HV (Pramono, Sulaiman, & Milandia, 2020). Sehingga pada penelitian ini dikatakan berhasil untuk biomaterial tersebut dikarenakan semua sampel memiliki nilai kekerasan di atas 40 HV (Pramono, Sulaiman & Milandia, 2020). Namun hasil penelitian ini masih di bawah nilai kekerasan implant komersil jika dibandingkan dengan katalog Zenmed yang menggunakan material SS 316 lvm memiliki nilai kekerasan sebesar 178 HV (Zenith, 2021).

#### **4.4 Pengaruh Komposisi Titanium dan Jenis Aluminium terhadap Nilai**

##### **Kuat Tekan**

Nilai kuat tekan merupakan salah satu parameter sifat mekanik yang seharusnya diperhatikan. Karena sifat mekanik untuk aplikasi biomaterial harus

memiliki ketahanan yang baik terhadap beban yang akan diberikan oleh tubuh nantinya, serta tahan perubahan *strain* dan *stress* dari aliran fluida dan tekanan di dalam tubuh. Berikut ini merupakan grafik pengaruh komposisi titanium terhadap nilai kuat tekan untuk mengetahui kekuatan mekanik dari sampel yang dapat dilihat pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.4** Pengaruh Jenis Aluminium dan Variasi Ti Terhadap Nilai Kuat Tekan

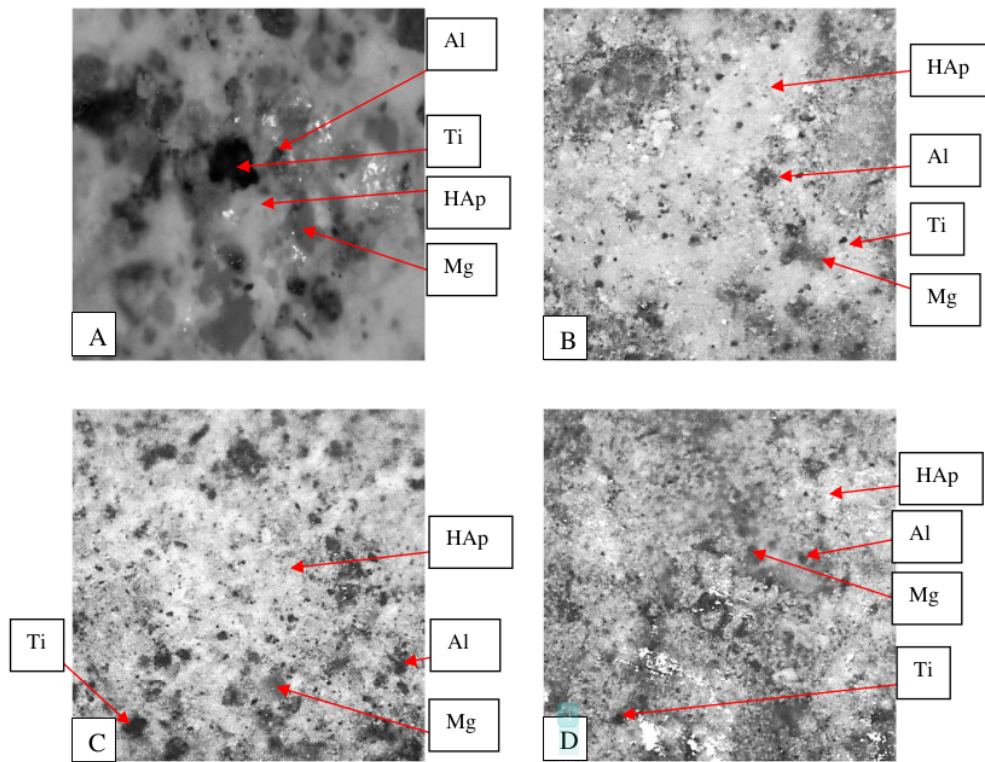
Pada Gambar 4.4 dapat dilihat hasil nilai kuat tekan serta menunjukkan perbandingan penambahan komposisi titanium terhadap nilai kuat tekan. Nilai kuat tekan terbesar yaitu 33,58 MPa terdapat pada sampel D dengan komposisi titanium 20%. Sedangkan nilai kuat tekan terkecil sebesar 29,74 MPa terdapat pada sampel B dengan komposisi titanium 5%. Peningkatan komposisi titanium beriringan dengan meningkatnya nilai kuat tekan dikarenakan terjadi peningkatan ikatan antara partikel keramik serta berperan sebagai fase penguat. Karena terdapat

aluminium dan titanium sebagai penguat dalam komposit *hybrid* ini membuat sifat sifat mekanik nilai kuat tekan menjadi tinggi dengan kemurnian aluminium serta komposisi dari titanium.

Pada Gambar 4.4 juga menunjukkan grafik jenis aluminium terhadap nilai kuat tekan. Grafik tersebut merupakan hasil nilai kuat tekan aluminium *fluxing* dan aluminium kaleng. Nilai kuat tekan aluminium *fluxing* memiliki nilai yang lebih besar yaitu sebesar 29,74 MPa, sedangkan aluminium kaleng lebih kecil yaitu 28,44 MPa. Perbandingan jenis aluminium ini karena pada aluminium *fluxing* memiliki lebih tinggi kandungan aluminiumnya dibandingkan dengan aluminium kaleng. Hal ini menyebabkan ikatan antara material penyusun menjadi lebih kuat dan tahan saat dikenakan beban selain aluminium sendiri berperan sebagai penguat (Peter P *et al*, 2020). Menurut hasil analisa, jika dibandingkan dengan literatur bahwa seluruh sampel masuk dalam rentang nilai kekuatan tekan tulang kanelus yaitu 2 – 12 MPa. Namun sampel A dan B tidak memenuhi rentang nilai kuat tekan kortikal yaitu 30 – 160 MPa (Indriani *et al.*, 2011). Hal, ini disebabkan berbagai faktor di lapangan khususnya penggunaan molding khusus *sintering* yang telah terkorosi dan tipis dikarenakan digunakan berulang kali sehingga mempengaruhi hasil akhir.

#### **4.5 Hasil Analisa Mikroskop Optik**

Material komposit berbasis hidroksiapatit pada proses pembuatannya diperkuat dengan aluminium dan titanium, serta magnesium sebagai *wetting agent* yang berfungsi sebagai agen pembasah. Berikut merupakan analisa mikroskop optik pada seluruh sampel yang dapat dilihat pada Gambar 4.5.



**Gambar 4.5** Hasil Analisa Mikroskop Optik Pada Permukaan Seluruh Sampel

Pengujian mikrostruktur sampel dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Terlihat pada Gambar 4.5 untuk masing-masing sampel hasil penampakan mikrostruktur yang ada. Pada setiap sampel terlihat hidroksiapatit berwarna putih sebagai penyusun utama komposit pada keempat sampel. Selain itu terlihat pula bahwa magnesium sesuai fungsinya sebagai *wetting agent* berhasil membasahi setiap *reinforce* yang digunakan baik titanium maupun aluminium, terbukti jika dilihat dari hasil mikrostruktur yang ada magnesium terletak diantara matriks hidroksiapatit dan *reinforce*. Magnesium yang terlihat berwarna abu-abu terang

pada hasil citra menggunakan mikroskop optik, berhasil mengelilingi reinforce dan membantu antara hidroksiapatit dan reinforce berikatan (Rosmamuhamadani, 2018).

Selain itu, jika dilihat dari sebaran partikel titanium yang ada pada Sampel B, Sampel C, dan Sampel D, terlihat bahwa titanium berwarna gelap kehitaman cenderung semakin banyak terdeteksi ketika persentase penambahan titanium yang digunakan semakin meningkat. Penyebaran reinforce yang lebih merata di antara matriks sangat berpengaruh terhadap sifat-sifat komposit yang dihasilkan, karena fungsi dari bahan pengisi itu sendiri sebagai penstransmisi tegangan apabila matriks dikenai tegangan. Salah satu faktor penyebab penyebaran yang merata *reinforce* diantara matriksnya karena adanya *wetting agent* (Kindl, 1996) dalam hal ini magnesium. Penyebaran *reinforce* yang lebih merata menyebabkan kontak antar partikel lebih banyak sehingga ikatan antar partikel penyusun komposit semakin tinggi. Selain itu, jika dilihat pada Sampel A terdapat partikel aluminium kaleng yang belum dimurnikan dalam ukuran yang besar dikarenakan tidak berikatan dengan partikel lainnya. Penampakan Al pada Sampel A ini cenderung berwarna abu-abu gelap kehitaman yang menandakan masih adanya pengotor, berbeda halnya dengan sampel lainnya dimana aluminium yang ada cenderung berwarna abu-abu terang.

#### 4.6 Optimasi Penelitian Menggunakan *Simulasi Response Surface*

##### *Methodology (RSM)*

Pengoptimalan hasil penelitian menggunakan optimasi dengan simulasi *Response Surface Methodology (RSM)*. Proses RSM dioperasikan menggunakan perangkat lunak Minitab 21 dengan menentukan variabel yang akan digunakan. Variabel untuk sumbu x yaitu penambahan komposisi titanium (x1) dan Jenis aluminium yang digunakan (x2). Sumbu y yaitu nilai kekerasan vickers yang terjadi pada penelitian ini. Sebanyak 13 perlakuan (x1 dan x2) dan hasil variabel (y) yang dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Tabel 4.4.

**Tabel 4.3** Nilai Kekerasan Vickers pada Penambahan Komposisi Titanium dan Jenis Aluminium

StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	Titanium	Aluminium	HV
10	1	0	1	12,5	95	48,3
12	2	0	1	12,5	95	48,3
5	3	-1	1	1,893398	95	42
9	4	0	1	12,5	95	48,3
2	5	1	1	20	93	47,2
4	6	1	1	20	97	48,8
6	7	-1	1	23,1066	95	49
8	8	-1	1	12,5	97,82843	48,5
11	9	0	1	12,5	95	48,3
7	10	-1	1	12,5	92,17157	47
13	11	0	1	12,5	95	48,3
3	12	1	1	5	97	45,44
1	13	1	1	5	93	44,42



**Tabel 4.4** Estimasi Koefisien Kuadrat pada Penambahan Komposisi Titanium dan Jenis Aluminium

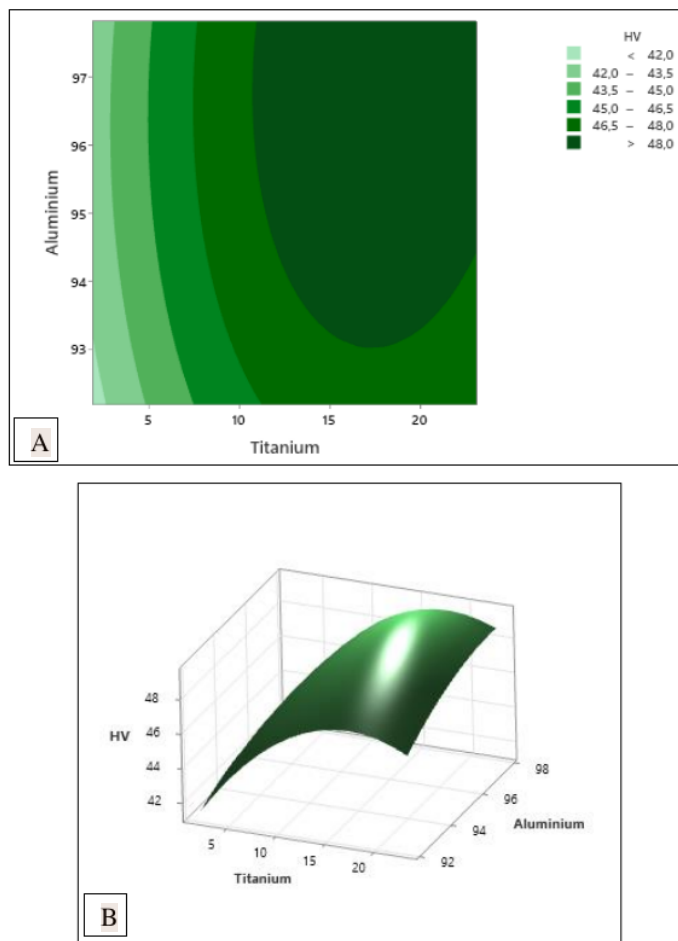
Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	48,3	0,23	210,14	0	
Titanium (x1)	2,005	0,182	11,03	0	1
Aluminium (x2)	0,593	0,182	3,26	0,014	1
Titanium*Titanium (x1 <sup>2</sup> )	-1,44	0,195	-7,39	0	1,02
Aluminium*Aluminium (x2 <sup>2</sup> )	-0,315	0,195	-1,62	0,15	1,02
Titanium*Aluminium (x1x2)	0,145	0,257	0,56	0,59	1

Kekerasan vickers pada sampel komposit dengan penambahan komposisi titanium 5-20 wt.% dan jenis aluminium memiliki nilai 44,4276 HV, 45,2866 HV, 48,0202 HV, dan 48,8031 HV. Nilai kekerasan tertinggi pada penambahan komposisi titanium 20% dengan nilai 48,8031 HV. Berdasarkan uji *analisis of variance* (ANOVA) untuk respon nilai kekerasan vickers pada sampel komposit matriks keramik berpenguat logam titanium. Uji ANOVA menggunakan model linier dari hasil proses operasi Minitab 21 yang dapat dilihat pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5** Model Linier Kekerasan Vickers

Kekerasan Vickers	Model	Uji ANOVA		
		Signifikansi (P < 0,05)	Lack of Fit (P < 0,05)	R <sup>2</sup>
HV ( <i>Hardness Vickers</i> )	-686 - 0,01 (x <sub>1</sub> ) + 15,14 (x <sub>2</sub> ) - 0,02560 (x <sub>1</sub> <sup>2</sup> ) - 0,0788 (x <sub>2</sub> <sup>2</sup> ) + 0,0097 (x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> )	0,59	-	96,41%

Pada Tabel 4.5 menunjukkan <sup>32</sup> model regresi tidak berpengaruh signifikan terhadap nilai kekerasan vickers yang didapat ( $P > 0,05$ ). Selain itu, nilai  $R^2$  yang mendekati nilai 1 (satu) mengindikasikan <sup>98</sup> bahwa variabel independen atau bebas berpengaruh terhadap variabel dependen atau terikat (Ghozali, 2016). Persamaan model tersebut dibuat *surface plot* nilai kekerasan terhadap jenis aluminium dan komposisi titanium yang dapat dilihat pada Gambar 4.6. <sup>31</sup>



**Gambar 4.6** Response Surface (A) dan Contour Plot (B) Pengaruh Aluminium dan Titanium

44

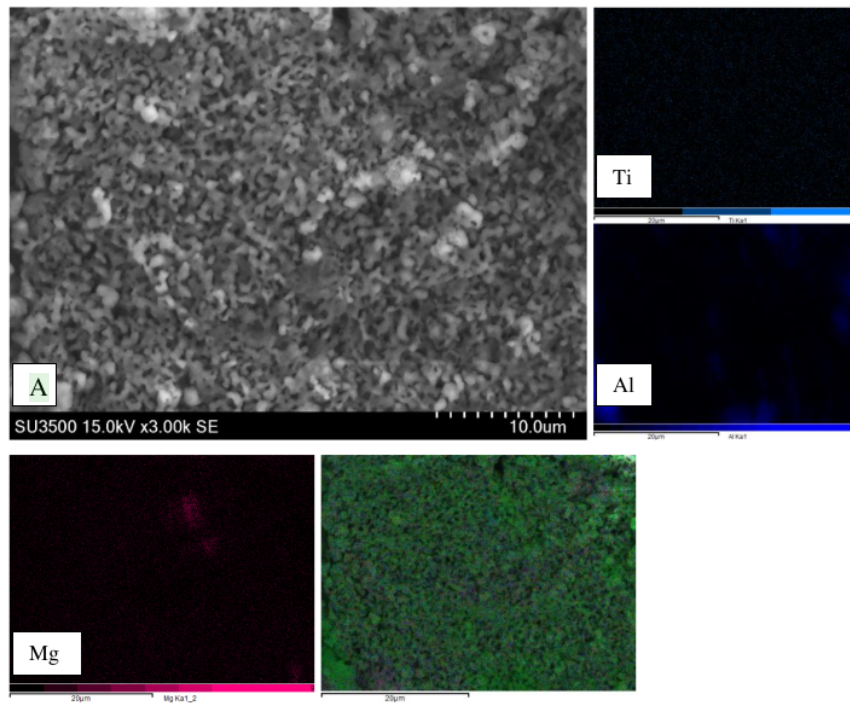
Pada Gambar 4.6 Menunjukkan nilai optimal pengujian kekerasan vickers. Hasil nilai kekerasan vickers tertinggi didapatkan pada komposisi titanium sebesar 20% dengan nilai sebesar 48,8031 HV, hal itu dapat dilihat pada *contour plot* yang warnanya berpusat pada komposisi titanium 20% dan dapat lebih optimal jika komposisi titanium ditambahkan.

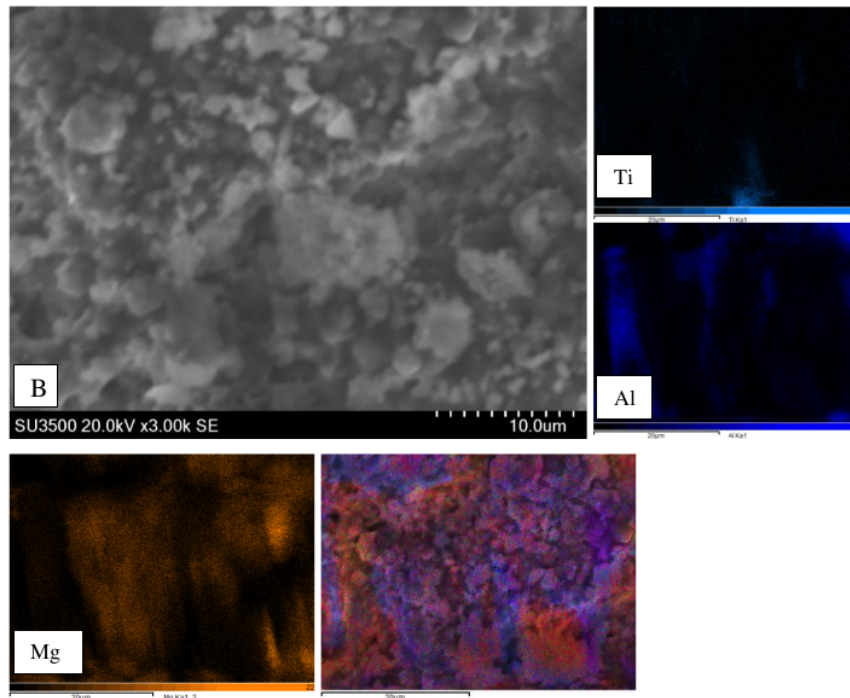
24

#### 4.7 Struktur Mikro Menggunakan *Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*

Hasil analisis morfologi komposit hidroksiapatit menggunakan SEM-EDS dengan pembesaran 3000. Berikut Gambar 4.7 hasil SEM sampel A dan B.

5

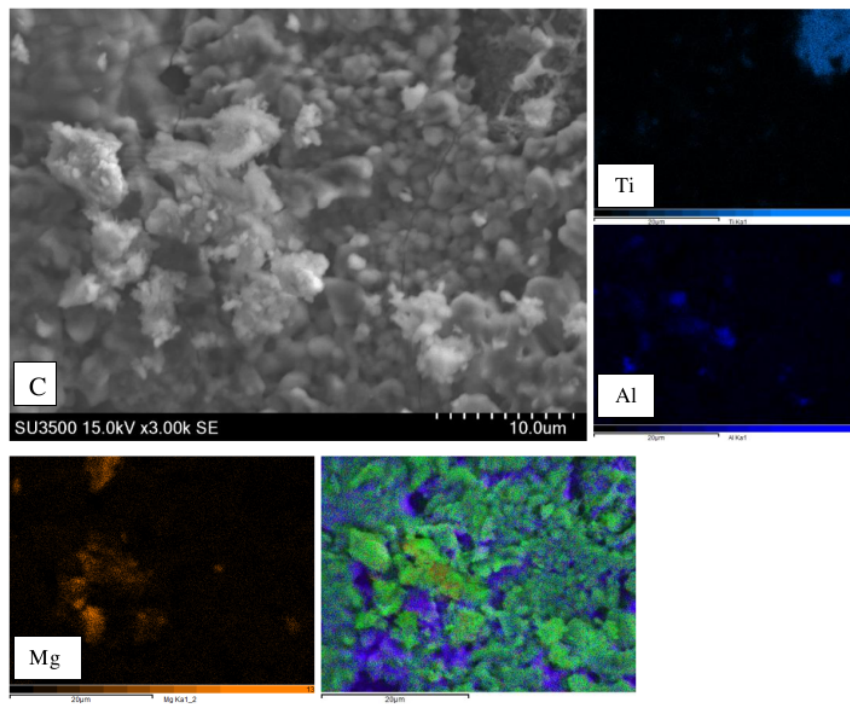


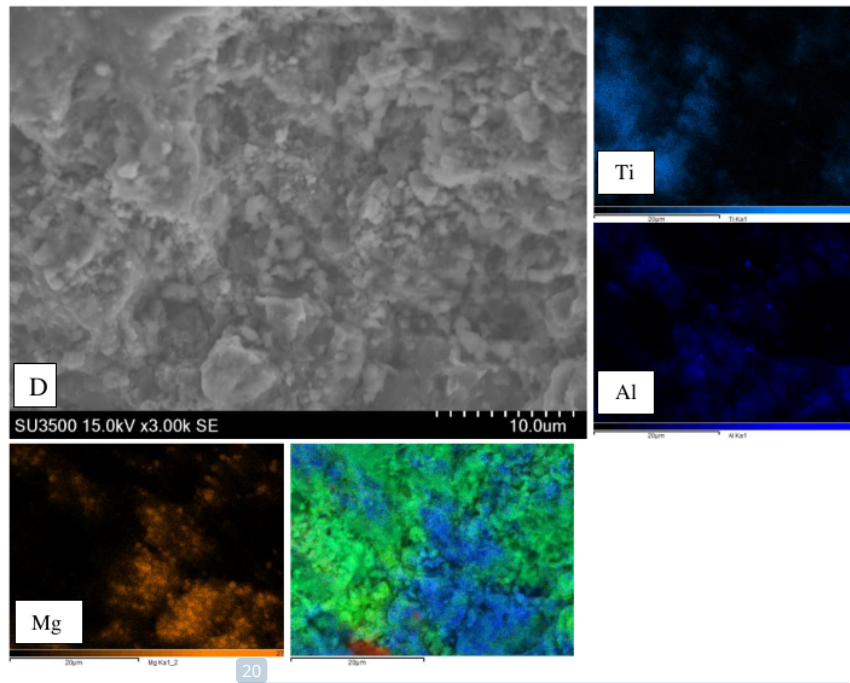


**Gambar 4.7** Hasil *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* Sampel A dan B

1 Berdasarkan data hasil SEM-EDS pada Gambar 4.7 (A) memperlihatkan bagaimana pori yang dihasilkan lebih besar dibandingkan dengan Gambar 4.7 (B) terjadi pada fraksi ukuran yang lebih kasar hal ini diakibatkan karena interaksi antara gesekan partikel yang terjadi sangat kecil sehingga partikel belum terdistribusi secara merata dan nilai kerapatan menjadi kecil sehingga berpengaruh terhadap sifat mekanik yang kecil. Sifat mekanik yang dihasilkan pada sampel A yang dihasilkan dipengaruhi oleh pori yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.7 (A), hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Siregar yang menganalisa karakterisasi hidroksiapatit yang menyatakan, Ukuran pori yang

tidak seragam dapat mengurangi sifat mekanik dari komposit hidroksiapatit (Siregar, 2019). Pada Gambar 4.7 (A) menghasilkan morfologi butiran-butiran yang tersusun dengan agregat rata-rata  $1,740 \mu\text{m}$  sedangkan pada Gambar 4.7 (B) didapatkan hasil morfologi butiran-butiran yang tersusun lebih rapat dibandingkan dengan Gambar 4.7 (A) yang menghasilkan agregat rata-rata  $1,4092 \mu\text{m}$ . Berikut ini Hasil SEM-EDS pada sampel C dan D pada Gambar 4.8.





**Gambar 4.8** Hasil *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* Sampel C dan D

Berdasarkan Gambar 4.8 (D) memperlihatkan dengan penambahan Ti yang semakin banyak menghasilkan struktur mikro yang semakin rapat. Hal ini dibuktikan dengan nilai mekanik yang dihasilkan meningkat seiring penambahan Ti. Pada Gambar 4.8 (D) memiliki struktur mikro berupa butiran-butiran yang tersusun lebih rapat jika dibandingkan dengan Gambar 4.8 (C) dengan agregat yang lebih kecil. Untuk sampel D yaitu dengan nilai agregat rata-rata  $1,128 \mu\text{m}$  dan pori yang terbentuk  $1,0364 \mu\text{m}$ . Pada sampel D didapatkan pori yang lebih kecil dibandingkan dengan sampel C, sehingga mempengaruhi media infiltrasi sel osteoblast. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan Siregar, yang menyatakan bahwa semakin kecil ukuran pori hidroksiapatit maka semakin

luas media infiltrasi sel osteoblast (Siregar, 2019). Sedangkan pada Gambar 4.8 (C) menghasilkan struktur mikro berupa butiran-butiran dengan agregat  $1,253 \mu\text{m}$  dengan pori lebih besar yaitu  $1,1576 \mu\text{m}$  sehingga menghasilkan nilai mekanik yang lebih kecil. Berikut ini merupakan data fraksi ukuran dari masing-masing sampel pada Tabel 4.6, Tabel 4.7, Tabel 4.8, dan Tabel 4.9

**Tabel 4.6** Hasil *Sum Spectrum* Sampel A

<i>Element</i>	<i>Weight%</i>
C	7,66
O	52,13
Na	2,12
Mg	0,89
Al	2,37
P	15,27
Ca	19,48
Ti	0,06
Total	100

**Tabel 4.7** Hasil *Sum Spectrum* Sampel B

<i>Element</i>	<i>Weight%</i>
C	10,34
O	62,99
Na	2,48
Mg	7,10
Al	2,74
P	9,07
Ca	4,97
Ti	0,33
Total	100

Dari data hasil *sum spectrum* pada Tabel 4.6 merupakan data jenis aluminium tanpa *fluxing* yang lebih kecil jika dibandingkan dengan data pada Tabel 4.7 dengan jenis aluminium *fluxing*. Pada jenis aluminium tanpa *fluxing* memiliki konsentrasi

Al yang lebih kecil. Karena konsentrasi Al yang lebih kecil inilah maka nilai kekerasan yang dimiliki jenis aluminium *fluxing* memiliki nilai kekerasan yang lebih tinggi. Dan jika dilihat dari persebaran unsur terhadap kedua parameter yang dibandingkan ini, kedua parameter memiliki kesamaan berupa persebaran unsur yang paling dominan persen beratnya yaitu oksigen, hal ini disebabkan karena pada material keramik matrik komposit membentuk hidroksiapatit, aluminium *oxide*, magnesium *oxide*, dan spinel oksigen memiliki peran yang penting terhadap pembentukannya (Pramono, 2021).

**Tabel 4.8** Hasil *Sum Spectrum* Sampel C

<i>Element</i>	<i>Weight%</i>
C	11,68
O	64,06
Na	1,58
Mg	0,98
Al	0,77
P	8,81
Ca	8,63
Ti	3,50
Total	100

**Tabel 4.9** Hasil *Sum Spectrum* Sampel D

<i>Element</i>	<i>Weight%</i>
C	10,65
O	47,54
Na	0,29
Mg	6,02
Al	4,02
P	3,94
Ca	21,18
Ti	6,32
Total	100



Jika dilihat pada Tabel 4.8 dan Tabel 4.9 sampel pada sampel D memiliki persen berat Ti yang lebih besar dibandingkan dengan sampel C, karena persen berat Ti yang lebih besar inilah maka nilai kekerasan yang dimiliki sampel D lebih tinggi. Dan jika dilihat dari persebaran unsur terhadap kedua parameter yang dibandingkan ini, kedua parameter memiliki kesamaan berupa persebaran unsur yang paling dominan persen beratnya yaitu oksigen, hal ini disebabkan karena pada material keramik matrik komposit membentuk hidroksiapatit, aluminium *oxide*, magnesium *oxide*, dan spinel oksigen memiliki peran yang penting terhadap pembentukannya (Pramono, 2021).

## Kesimpulan dan Saran

### 5.1 Kesimpulan

Setelah melakukan penelitian, didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Komposit biomaterial berbasis hidroksiapatit berpenguat aluminium dan titanium dapat terbentuk pada semua variasi.
2. Nilai kekerasan dan kuat tekan tertinggi terdapat pada komposisi titanium 20 wt.% dengan nilai masing-masing sebesar 48,8 HV dan 33,58 MPa.
3. Aluminium dengan perlakuan *fluxing* berpengaruh pada peningkatan sifat mekanik yaitu nilai kekerasan dan kuat tekan dengan nilai masing-masing 45,28 HV dan 29,74 MPa.

### 5.1 Saran

Berikut ini adalah saran dari penulis yang dapat berikan untuk penelitian selanjutnya:

1. Jika sudah melakukan proses kompaksi segera dilakukan proses SIS pada sampel, supaya tidak terkontaminasi dengan udara luar.
2. Penelitian dilakukan dengan pengaruh *flux* terhadap perolehan aluminium dan reduksi pengotor pada scrap kaleng aluminium seperti  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ , KF, dan NaF.
3. Penambahan proses pengadukan pada saat peleburan awal sampel yaitu proses *fluxing* untuk dapat mengetahui pengaruh pengadukan terhadap perolehan aluminium serta pengurangan pengotor.

## DAFTAR PUSTAKA

- <sup>60</sup> Alsaffar, K., Bdeir, L. 2008. *Recycling of Aluminum Beverage Cans*, Journal of Engineering and Development, Vol. 12: 157 - 163.
- <sup>55</sup> Arianti, N. N., Yuliarti, E. And Marlin. 2015. *The Application of 5R (Reduce, Reuse, Recycle, Replant and Replace) Principles to Handle The Household Waste*. Dharma Raflesia Unib Tahun XIII, No.1
- <sup>66</sup> ASM International. Handbook Committee. 2000. *ASM Handbook: Mechanical testing and evaluation (Vol. 8)*. ASM International.
- Badan Pusat Statistik. 2022. *Peternakan Dalam Angka 2022*. Direktorat Statistik Peternakan, Perikanan, dan Kehutanan.
- <sup>26</sup> Balbinotti, P., Gemelli, E., Buerger, G., Lima, S. A., Jesus, J., Camargo, N. H. A., Henriques, V. A. R. And Soares, Gloria, D. 2011. *Microstructure development on sintered Ti/HA biocomposites produced by powder metallurgy*. Materials Research, 14(3), pp. 384–393. doi: 10.1590/S1516-14392011005000044
- <sup>25</sup> Barakat, N. A. M., Khalil, K.A., Sheikh, F. A., Omran, A. M., And Gaihre, B. 2008. *Physiochemical characterizations of hydroxyapatite extracted from bovine bones by three different methods: Extraction of biologically desirable HAp*, Materials Science and Engineering C 28: 1381 – 1387.
- <sup>10</sup> Bidhendi, H. R. A. and M, Pouranvari. 2011. *Corrosion Study of Metallic Biomaterials in Simulated Body Fluid*.
- <sup>82</sup> Buddy, D. R. *Annual Review of Biomedical Engineering*. 2019. 21, 171-191

Clavel, B. 2010. Household wastes and bone craft activity in Strasbourg (France) in the XVth century.

Dewi, S. U. 2009. *Pembuatan Komposit Kalsium Fosfat-Kitosan Dengan Metode Sonikasi*, Institut Pertanian Bogor.

Diana, D. R. And Pratapa, S. 2015. *Analisis Kristalinitas Serbuk Magnesium Oksida Hasil Sintesis Metode Logam-Terlarut Asam*. Jurnal Sains dan Seni ITS, Vol.4, No.1.

Eka, A. H. 2017. *Kajian Sifat Mekanik Aluminium 7075 dengan Perlakuan Termal*. Inovasi Fisika Indonesia

Gilstad, G. 2013. *Life Cycle Assesment of Secondary Aluminium Refining*. Norwegian University of Science ad Technology.

Hlosta, J. And Necas, J. 2016. 'Effect of Particle Shape and Size On The Compressibility and Bulk Properties Of Powders In Powder Metallurgy'.

Indriani, A., Fisika, D., & Airlangga, U. 2011. *Upaya Meningkatkan Kuat Tekan Komposit Ha-kitosan Sebagai Kandidat Aplikasi Implan Tulang Kortikal*.

Jamir, M. R. M., Majid, M. S. A., & Khasri, A. 2018. *Natural lightweight hybrid composites for aircraft structural applications. In Sustainable Composites for Aerospace Applications*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102131-6.00008-6>

Jones, R. M. 1999. *Mechanics of Composite Materials Second Edition*. USA : Taylor & Francis, Inc.

<sup>36</sup> Khoo W., Nor F. M., Ardhyanta, H., dan Kurniawan, D. 2015. *Preparation of Natural Hydroxyapatite from Bovine Femur Bones Using Calcination at Various Temperatures*. International Materials Industrial and Manufacturing Engineering Conference, Vol. 2: 196 – 201.

<sup>48</sup> Kim, H. S. 2000. *On The Rule Of Mixtures For The Hardness Of Particle Reinforced Composites*. Materials Science and Engineering, pp. 30–33.

<sup>1</sup> Manalu, J. L., Soegijono, B., dan Indrani, D. J. 2015. *Characterization of Hydroxyapatite Derived from Bovine Bone*. Asian Journal of Applied Sciences, Vol. 3: 758 - 765.

<sup>43</sup> Manurung, M. And Ayuningtyas, I. F. 2010. *Kandungan Aluminium dalam Kaleng Bekas dan Pemanfaatannya dalam Pembuatan Tawas*. Universitas Udayana : Jurusan Kimia FMIPA.

<sup>57</sup> Merzhanov, A. G. 1997. *Worldwide Evolution and Present Status of SHS as a Branch of Modern R&D., Int.*

<sup>39</sup> Muddugangadhar, B. C., Amarnath, G. S., Tripathi, S., Dikshit, S., M. S, Divya. 2011. *Biomaterials for Dental Implants: An Overview*. International Journal of Oral Implantology and Clinical Research. 2(1):13-24

<sup>37</sup> Oediyani, S., Zain, A. P. and Juniarsih, A. 2017. *Pengaruh Massa Flux dan Waktu Tahan Fluxing Terhadap Pengurangan Mg Pada Recycling Kaleng Minuman Aluminium, Teknika: Jurnal Sains dan Teknologi*, 13(1), pp.1. doi: 10.36055/tjst.v13i1.5849

<sup>72</sup> Oldani, C. and Dominguez, A. 2012. *Titanium as a Biomaterial for Implants*.

<sup>69</sup> Pacheco, M. M. 2007. *Self-Sustained High-Temperature Reactions:*

*Initiation, Propagation and Synthesis*. Universitas Carlos III.

<sup>70</sup> Pane, M. S. 2004. *Penggunaan Hidroksiapatit Sebagai Bahan Dental Implan*, Universitas Sumatera Utara.

<sup>16</sup> Peter P, I., Oki, M., And Adekunle, A. A. 2020. *A review of ceramic/bio-based hybrid reinforced aluminium matrix composites*. Cogent Engineering, 7(1).

<sup>1</sup> Petit, R. 1999. *The use of hydroxyapatite in orthopaedic surgery: A ten-year review*, Eur J Orthop Surg Traumatol, Vol. 9: 71 – 74.

Prabowo A, S., Triyono, T., dan Yaningsih, I. 2016. *Analisa Pengaruh Penambahan Mg Pada Kompositmatrik Aluminium Remelting Piston Berpenguat SiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Stir Casting Terhadap Kekerasan Dan Densitas*, Mekanika, Vol. 15: 37 – 43.

<sup>41</sup> Pramanik, S., Agarwal, A. K., & Rai, K. N. 2005. *Development of high strength hydroxyapatite for hard tissue replacement*. Trends in Biomaterials and Artificial Organs, 19(1), 46–51.

<sup>1</sup> Pramono, A., Milandia, A., Khaerudini, D. S. And Sulaiman, F. 2021. *Pengolahan Limbah Tulang Sapi dan Limbah Kaleng Minuman Berbasis Aluminium Menggunakan Metode Self Propagating High Temperature Synthesis (SHS) Sebagai Aplikasi Komposit Material*. Universitas Sultan Ageng Tirtayasa : Fakultas Teknik.

<sup>40</sup> Pramono, A., Timuda, G. E., Rifai, G. P. A., Khaerudini, D. S. 2022. *Synthesis of Spinel-Hydroxyapatite Composite Utilizing Bovine Bone and Beverage Can. Crystals*, 12, 96. <https://doi.org/10.3390/cryst12010096>

- <sup>29</sup> Pramono, A., Kommel, L., Kollo, L., & Veinthal, R. 2016. *The aluminum based composite produced by self propagating high temperature synthesis*. *Medziagotyra*, 22(1), 41–43. <https://doi.org/10.5755/j01.ms.22.1.7500>
- <sup>16</sup> Pramono, A., Sulaiman, F., & Milandia, A. 2020. *Fabrication of metal matrix composites based on hydroxyapatite by self-high propagating temperatures synthesis (SHS)*. August. <https://doi.org/10.20944/preprints202008.0596.v1>
- <sup>45</sup> Pramono, A., Sulaiman, F., Suryana., Milandia, A. 2020. *Effect of pressure distribution on hydroxyapatite (HAp) based hybrid composites made from the milkfish bones*. *Materials Science Forum (MSF)*. Vol. 988, pp 182-191.
- <sup>7</sup> Prihadi, N. D., & Juniarsih, A. 2015. *Penurunan Kadar Pengotor Pada Proses Pemurnian Aluminium Dengan Bahan Baku Limbah Kaleng Minuman*.
- <sup>88</sup> R. Rosmamuhamadani. 2018. 'Wear characterization of nano-hydroxyapatite with addition of titanium' <sup>86</sup> *Wear characterization of nano-hydroxyapatite with addition of titanium (HA-Ti)* <sup>103</sup>. doi: 10.1088/1757-899X/348/1/012001.
- <sup>73</sup> Ross, R. B. 2013. *Metallic materials specification handbook*. Springer Science & Business Media.
- S. Bell. 2003. *Final Report on Refining Technologies of Aluminium*. Government of Canada.
- <sup>90</sup> Sari, N. H. 2018. *Material Teknik*, CV Budi Utama Yogyakarta.
- <sup>10</sup> Smallman, R. E. and R. J. Bishop. 1999. *Biomaterial in Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering (Sixth edition)*. Butterworth-Heinemann: Oxford. p. 436-437.

Utigard, T. A. 1998. 'The properties and uses of fluxes in molten aluminum processing', *Jom*, 50(11), pp. 38–43. doi: 10.1007/s11837-998-0285-7.

Vasiliev, V. 2007. *Advanced Mechanics of Composite Materials*. Oxford: Elsevier

Venkatesan, J. dan Kim, S. K. 2010. *Effect of Temperature on Isolation and Characterization of Hydroxyapatite from Tuna (Thunnus obesus) Bone*. *Materials*, Vol. 3: 4761 - 4772.

Vieira, E. A. 2012. *Use of Chlorine to Remove Magnesium from Molten Aluminium*. Brazil : Department of Metallurgical and Materials Engineering.

Waily, M., Nibras A., Aziz A. R., Emad, Q. H. 2020. *Mechanical Behavior Investigation for Hip Joint with Inclination Angle Influence by Manufacturing and Design Simulator Instrument Machine*. *International Journal of Energy and Environment*, vol. 11, no. 1, pp. 47-60

Widyastuti, Y. 2009. *Kesehatan Reproduksi*. Yogyakarta: Fitramaya.

X, Galina dan V, George. 2000. *An overview of some environmental applications of self-propagating high-temperature synthesis*, *Advance in Environmental Researh*, Vol.5: 117 – 128.

Xanthopoulou, G. 1999. *Oxide catalysts for pyrolysis of diesel fuel made by self-propagating high-temperature synthesis*. Part I: cobalt-modified Mg±Al spinel catalysts, *Applied Catalysis A: General*, pp : 285 -295.

Zenith Allmart Precisindo. 2021. *SS316L Medical Grade & Titanium*. Vol.37



1

**LAMPIRAN A**

**CONTOH PERHITUNGAN**

## Lampiran A Contoh Perhitungan

### A.1 Perhitungan Pemurnian Aluminium (*Fluxing*)

Pada penelitian ini terdapat perlakuan pemurnian untuk kaleng aluminium, menggunakan metode *fluxing* melalui peleburan dengan menggunakan *induction furnace* dengan jenis flux NaCl : KCl maka didapatkan perhitungan.

Diketahui:

Massa limbah kaleng minuman = 560 gram

Massa flux (NaCl : KCl) = 10% dari massa total limbah kaleng minuman =  $\frac{10}{100} \times 560$  gram = 56 gram

Massa flux NaCl : KCl (1 : 1) =  $\frac{1}{2} \times 56$  gram = 18 gram

Ditanya :

Massa ingot dan dross?

Jawab:

Massa material dilebur = Massa limbah kaleng + Massa flux  
= 560 gram + 86 gram = 646 gram

Massa ingot = 458 gram

Massa dross = Massa material dilebur – Massa ingot  
= 646 gram – 458 gram = 158 gram

### A.2 Perhitungan Nilai Kekerasan

Berdasarkan pengujian kekerasan yang telah dilakukan didapatkan data seperti pada tabel A.1:

Sampel	Komposisi (%)	Nilai Kekerasan (HV)	Rata-Rata Nilai Kekerasan (HV)
A	HAp : Ti : Mg : Al (Kaleng) ; 80 : 5 : 5 : 10	42,4976	44,4276
		46,5641	
		44,2212	

B	HAp : Ti : Mg : Al (Fluxing) ; 80 : 5 : 5 : 10	49,7437	45,2866
		43,7469	
		42,3692	
C	HAp : Ti : Mg : Al (Fluxing) ; 75 : 10 : 5 : 10	46,9353	48,0202
		46,0518	
		51,0735	
D	HAp : Ti : Mg : Al (Fluxing) ; 65 : 20 : 5 : 10	47,6910	48,8031
		46,7863	
		51,9319	

Adapun untuk contoh perhitungan pengujian kekerasan dari sampel keramik komposit A yaitu:

$$\begin{aligned}
 HV &= \frac{1,854 \times P}{d^2} \\
 &= \frac{1,854 \times 100 \times 10^{-3}}{0,0043626^2} \\
 &= 42,4976 \text{ HV}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 HV &= \frac{1,854 \times P}{d^2} \\
 &= \frac{1,854 \times 100 \times 10^{-3}}{0,00398161^2} \\
 &= 46,5641 \text{ HV}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 HV &= \frac{1,854 \times P}{d^2} \\
 &= \frac{1,854 \times 100 \times 10^{-3}}{0,00419256^2} \\
 &= 44,2212 \text{ HV}
 \end{aligned}$$

Nilai Rata-Rata:

$$\text{Rata - Rata Nilai Kekerasan} = \frac{\text{Jumlah nilai kekerasan}}{\text{Jumlah titik indentasi}}$$

$$X_n = \frac{42,50 + 46,56 + 44,22}{3} = 44,4267 \text{ HV}$$

### A.3 Perhitungan Nilai Kuat Tekan

Sampel	Komposisi	Luas Permukaan Area (cm <sup>2</sup> )	Beban Diterima Objek (kg.f)	Nilai Kuat Tekan (MPa)
1	Hap : Mg : Ti : Al (Kaleng) 80 : 5 : 5 : 10	3,4525	1002,19	28,44
2	Hap : Mg : Ti : Al (Fluxing) 80 : 5 : 5 : 10	3,4821	1056,72	29,74
3	Hap : Mg : Ti : Al (Fluxing) 75 : 5 : 10 : 10	3,4355	1059,44	30,22
4	Hap : Mg : Ti : Al (Fluxing) 65 : 5 : 20 : 10	3,4619	1170,81	33,58

$$\text{Kuat Tekan} = \frac{\text{Beban diterima objek}}{\text{Luas permukaan area}}$$

Konversi satuan kgf/cm<sup>2</sup> menjadi MPa yaitu mengalikan dengan 0,098

Kuat Tekan Sampel A:

$$\text{Kuat Tekan} = \frac{1002,19 \text{ kg.f}}{3,4525 \text{ cm}^2} = 290,279 \text{ kg.f/cm}^2$$

$$\text{Kuat Tekan} = 290,279 \text{ kg.f/cm}^2 \times 0,098 = 28,44 \text{ MPa}$$

Kuat Tekan Sampel B:

$$\text{Kuat Tekan} = \frac{1056,72 \text{ kg.f}}{3,4821 \text{ cm}^2} = 303,472 \text{ kg.f/cm}^2$$

$$\text{Kuat Tekan} = 303,472 \text{ kg.f/cm}^2 \times 0,098 = 29,74 \text{ MPa}$$

Kuat Tekan Sampel C:

$$\text{Kuat Tekan} = \frac{1059,44 \text{ kg.f}}{3,4355 \text{ cm}^2} = 308,38 \text{ kg.f/cm}^2$$

$$\text{Kuat Tekan} = 308,38 \text{ kg.f/cm}^2 \times 0,098 = 30,22 \text{ MPa}$$

Kuat Tekan Sampel D:

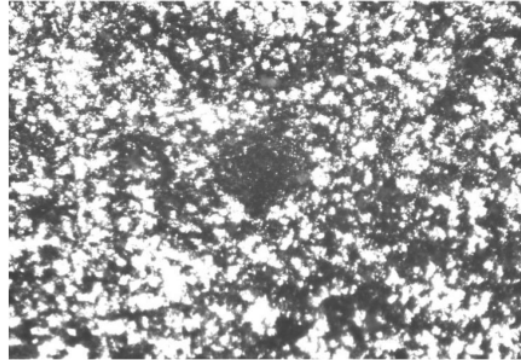
$$\text{Kuat Tekan} = \frac{1170,81 \text{ kg.f}}{3,4619 \text{ cm}^2} = 342,653 \text{ kg.f/cm}^2$$

$$\text{Kuat Tekan} = 342,653 \text{ kg.f/cm}^2 \times 0,098 = 33,58 \text{ MPa}$$

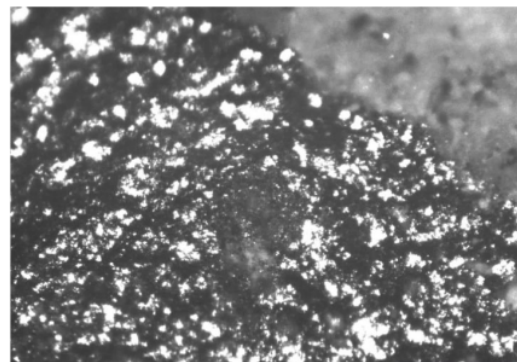
**LAMPIRAN B**

**DATA HASIL PENELITIAN**

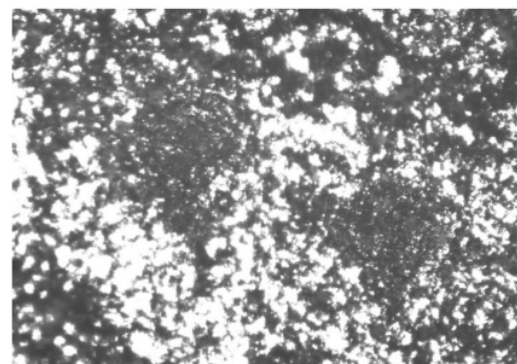
**Lampiran B. Data Hasil Penelitian**



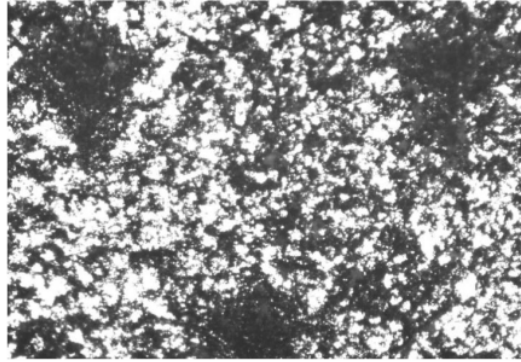
**Gambar B.1** Hasil Uji Kekerasan Sampel A



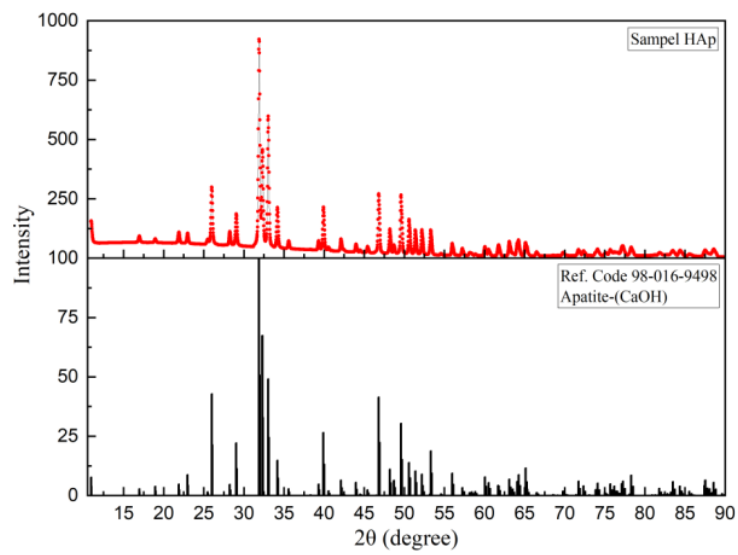
**Gambar B.2** Hasil Uji Kekerasan Sampel B



**Gambar B.3** Hasil Uji Kekerasan Sampel C



**Gambar B.4** Hasil Uji Kekerasan Sampel D



**Gambar B.5** Hasil XRD Kalsinasi Tulang Sapi 750°C 6 Jam



**Coded Coefficients**

Term	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constant	48,300	0,230	210,14	0,000	
Titanium	2,005	0,182	11,03	0,000	1,00
Aluminium	0,593	0,182	3,26	0,014	1,00
Titanium*Titanium	-1,440	0,195	-7,39	0,000	1,02
Aluminium*Aluminium	-0,315	0,195	-1,62	0,150	1,02
Titanium*Aluminium	0,145	0,257	0,56	0,590	1,00

**Model Summary**

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,513950	96,41%	93,84%	74,44%

**Analysis of Variance**

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	5	49,5918	9,9184	37,55	0,000
Linear	2	34,9682	17,4841	66,19	0,000
Titanium	1	32,1582	32,1582	121,74	0,000
Aluminium	1	2,8100	2,8100	10,64	0,014
Square	2	14,5395	7,2697	27,52	0,000
Titanium*Titanium	1	14,4250	14,4250	54,61	0,000
Aluminium*Aluminium	1	0,6903	0,6903	2,61	0,150
2-Way Interaction	1	0,0841	0,0841	0,32	0,590
Titanium*Aluminium	1	0,0841	0,0841	0,32	0,590
Error	7	1,8490	0,2641		
Lack-of-Fit	3	1,8490	0,6163	*	*
Pure Error	4	0,0000	0,0000		
Total	12	51,4408			

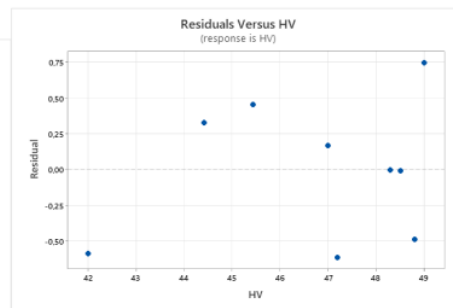
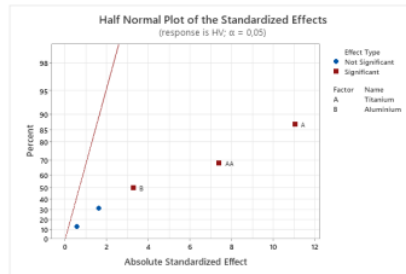
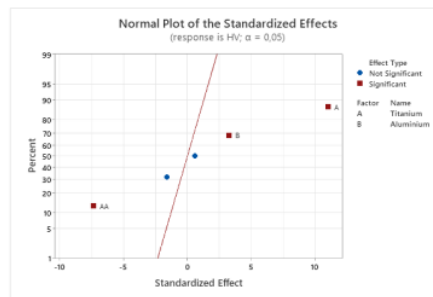
**Regression Equation in Uncoded Units**

$$HV = -686 - 0,01 \text{ Titanium} + 15,14 \text{ Aluminium} - 0,02560 \text{ Titanium}^2 \text{Titanium} - 0,0788 \text{ Aluminium}^2 \text{Aluminium} + 0,0097 \text{ Titanium} \text{Aluminium}$$

**Fits and Diagnostics for Unusual Observations**

Obs	HV	Fit	Resid	Std Resid
7	49,000	48,255	0,745	2,37 R

R Large residual



**Gambar B.6 RSM Vickers**

**1**  
**LAMPIRAN C**

**GAMBAR ALAT DAN BAHAN**



**Gambar C.1** Ayakan 200 Mesh



**Gambar C.2** Cetakan Kompaksi



**Gambar C.3** Disc Mill



**Gambar C.4** Krusibel Alumina



**Gambar C.5** Molding Sintering



**Gambar C.6** Muffle Furnace.



**Gambar C.7** Neraca Digital



**Gambar C.8** Jar Rotary dan Bola Zirkon



**Gambar C.9** Mesin Press Carver



**Gambar C.10** Mesin Bubut



**Gambar C.11** Alu dan Mortar



**Gambar C.12** Alat Uji XRD



27  
**Gambar C.13** Alat Uji XRF



**Gambar C.14** Alat Penjepit



**Gambar C.15** Alat Uji Tekan



27  
**Gambar C.16** Alat Uji Kekerasan



**Gambar C.17** Bata Alumina



**Gambar C.18** Mikroskop Optik

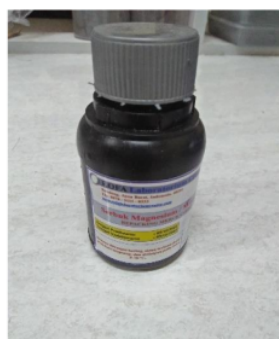


**Gambar C.19** Tungku Pengecoran

C.2 Gambar Bahan



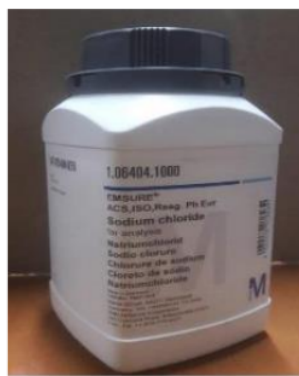
**Gambar C.20** Amplas



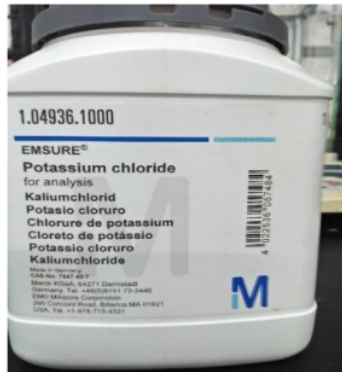
**Gambar C.21** Serbuk Magnesium



**Gambar C.22** Serbuk Titanium.



**Gambar C.23** Serbuk NaCl.



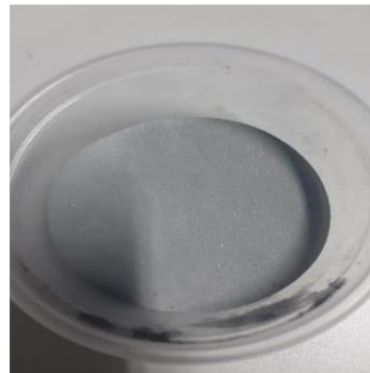
**Gambar C.24** Serbuk KCl.



**Gambar C.25** Kaleng Aluminium



**Gambar C.26** Serbuk Kaleng Aluminium



**Gambar C.27** Serbuk aluminium *Fluxing*



**Gambar C.28** Serbuk Hidroksiapatit.



**Gambar C.29** Tulang Sapi.



**Gambar C.30** Tisu.



**Gambar C.31** Oli.



# Dzikri

---

## ORIGINALITY REPORT

---

**36%**  
SIMILARITY INDEX

**36%**  
INTERNET SOURCES

**11%**  
PUBLICATIONS

**16%**  
STUDENT PAPERS

---

## PRIMARY SOURCES

---

**1** [eprints.untirta.ac.id](http://eprints.untirta.ac.id) **12%**  
Internet Source

---

**2** [vdocuments.site](http://vdocuments.site) **2%**  
Internet Source

---

**3** [text-id.123dok.com](http://text-id.123dok.com) **2%**  
Internet Source

---

**4** [repository.its.ac.id](http://repository.its.ac.id) **1%**  
Internet Source

---

**5** [repository.ub.ac.id](http://repository.ub.ac.id) **1%**  
Internet Source

---

**6** [www.dictio.id](http://www.dictio.id) **1%**  
Internet Source

---

**7** [docplayer.info](http://docplayer.info) **1%**  
Internet Source

---

**8** [123dok.com](http://123dok.com) **1%**  
Internet Source

---

**9** [repository.unsri.ac.id](http://repository.unsri.ac.id) **1%**  
Internet Source

---

10	<a href="#">edoc.pub</a> Internet Source	1 %
11	<a href="#">www.ijee.ieefoundation.org</a> Internet Source	1 %
12	Submitted to Universitas Sultan Ageng Tirtayasa Student Paper	<1 %
13	Submitted to Sriwijaya University Student Paper	<1 %
14	<a href="#">adoc.pub</a> Internet Source	<1 %
15	<a href="#">kampuspeternakan.blogspot.com</a> Internet Source	<1 %
16	Bhagyarajsinh Gohil, Virag Shah, Tarang Paneliya, Krishna Kishore Mugada. "Chapter 2 Emerging techniques for waste residue composites", Walter de Gruyter GmbH, 2023 Publication	<1 %
17	<a href="#">repositori.uin-alauddin.ac.id</a> Internet Source	<1 %
18	<a href="#">journal.unnes.ac.id</a> Internet Source	<1 %
19	<a href="#">www.slideshare.net</a> Internet Source	<1 %

[jurnal.uns.ac.id](#)

20

Internet Source

&lt;1 %

21

[www.neliti.com](http://www.neliti.com)

Internet Source

&lt;1 %

22

[repository.usd.ac.id](http://repository.usd.ac.id)

Internet Source

&lt;1 %

23

Submitted to Universiti Teknologi MARA

Student Paper

&lt;1 %

24

[es.scribd.com](http://es.scribd.com)

Internet Source

&lt;1 %

25

Sana Ghrab, Mourad Benzina, Stéphanie D. Lambert. "Copper Adsorption from Wasterwater Using Bone Charcoal", Advances in Materials Physics and Chemistry, 2017

Publication

&lt;1 %

26

[umpir.ump.edu.my](http://umpir.ump.edu.my)

Internet Source

&lt;1 %

27

[pdfcoffee.com](http://pdfcoffee.com)

Internet Source

&lt;1 %

28

[repository.unej.ac.id](http://repository.unej.ac.id)

Internet Source

&lt;1 %

29

[iieta.org](http://iieta.org)

Internet Source

&lt;1 %

30

[repository.radenintan.ac.id](http://repository.radenintan.ac.id)

Internet Source

&lt;1 %

31	<a href="http://repository.ar-raniry.ac.id">repository.ar-raniry.ac.id</a> Internet Source	<1 %
32	<a href="http://www.journal.ugm.ac.id">www.journal.ugm.ac.id</a> Internet Source	<1 %
33	Submitted to Politeknik Negeri Bandung Student Paper	<1 %
34	<a href="http://repository.uin-suska.ac.id">repository.uin-suska.ac.id</a> Internet Source	<1 %
35	Agus PRAMONO, Lembit KOMMEL, Lauri KOLLO, Renno VEINTHAL. "The Aluminum Based Composite Produced by Self Propagating High Temperature Synthesis", Materials Science, 2016 Publication	<1 %
36	Shanta Pokhrel. "Hydroxyapatite: Preparation, Properties and Its Biomedical Applications", Advances in Chemical Engineering and Science, 2018 Publication	<1 %
37	<a href="http://elib.pnc.ac.id">elib.pnc.ac.id</a> Internet Source	<1 %
38	<a href="http://iopscience.iop.org">iopscience.iop.org</a> Internet Source	<1 %
39	<a href="http://nek.istanbul.edu.tr:4444">nek.istanbul.edu.tr:4444</a> Internet Source	<1 %

40	<a href="http://www.mdpi.com">www.mdpi.com</a> Internet Source	<1 %
41	<a href="http://eprints.uthm.edu.my">eprints.uthm.edu.my</a> Internet Source	<1 %
42	<a href="http://scholar.unand.ac.id">scholar.unand.ac.id</a> Internet Source	<1 %
43	<a href="http://eprints.ums.ac.id">eprints.ums.ac.id</a> Internet Source	<1 %
44	<a href="http://repositori.usu.ac.id">repositori.usu.ac.id</a> Internet Source	<1 %
45	<a href="http://www.preprints.org">www.preprints.org</a> Internet Source	<1 %
46	<a href="http://www.researchgate.net">www.researchgate.net</a> Internet Source	<1 %
47	Submitted to Universitas Jember Student Paper	<1 %
48	<a href="http://irep.ntu.ac.uk">irep.ntu.ac.uk</a> Internet Source	<1 %
49	Submitted to Monash University Student Paper	<1 %
50	<a href="http://eprints.umm.ac.id">eprints.umm.ac.id</a> Internet Source	<1 %
51	<a href="http://core.ac.uk">core.ac.uk</a> Internet Source	<1 %

52	<a href="http://www.scientific.net">www.scientific.net</a> Internet Source	<1 %
53	Submitted to Universitas Diponegoro Student Paper	<1 %
54	<a href="http://www.scribd.com">www.scribd.com</a> Internet Source	<1 %
55	<a href="http://jurnal.poltekkespalu.ac.id">jurnal.poltekkespalu.ac.id</a> Internet Source	<1 %
56	<a href="http://docs.com">docs.com</a> Internet Source	<1 %
57	<a href="http://konf.x-pdf.ru">konf.x-pdf.ru</a> Internet Source	<1 %
58	<a href="http://lib.ui.ac.id">lib.ui.ac.id</a> Internet Source	<1 %
59	<a href="http://repository.untag-sby.ac.id">repository.untag-sby.ac.id</a> Internet Source	<1 %
60	Submitted to Swinburne University of Technology Student Paper	<1 %
61	<a href="http://fr.scribd.com">fr.scribd.com</a> Internet Source	<1 %
62	<a href="http://repository-ft.untirta.ac.id">repository-ft.untirta.ac.id</a> Internet Source	<1 %
63	<a href="http://repository.unikama.ac.id">repository.unikama.ac.id</a> Internet Source	<1 %

<1 %

64

[vdocuments.pub](http://vdocuments.pub)

Internet Source

<1 %

65

Submitted to Purdue University

Student Paper

<1 %

66

[www.lib.uni-obuda.hu](http://www.lib.uni-obuda.hu)

Internet Source

<1 %

67

Submitted to Universitas Bengkulu

Student Paper

<1 %

68

[archeozoo-archeobota.mnhn.fr](http://archeozoo-archeobota.mnhn.fr)

Internet Source

<1 %

69

[dergipark.org.tr](http://dergipark.org.tr)

Internet Source

<1 %

70

[fmipa.unesa.ac.id](http://fmipa.unesa.ac.id)

Internet Source

<1 %

71

Diastati Puspita Ning Ayu, Bambang Hermanto, Arif Tjahjono, Toto Sudiro.  
"SINTESA AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DARI SERBUK BOEHMITE MENGGUNAKAN TEKNIK SPARK PLASMA SINTERING (SPS): STUDI TRANSFORMASI FASA, MIKROSTRUKTUR DAN KEKERASAN",  
Metalurgi, 2020

Publication

<1 %

72

[codental.uobaghdad.edu.iq](http://codental.uobaghdad.edu.iq)

Internet Source

<1 %

73

[datadosen.com](http://datadosen.com)

Internet Source

<1 %

74

[doaj.org](http://doaj.org)

Internet Source

<1 %

75

[ejournal.pnc.ac.id](http://ejournal.pnc.ac.id)

Internet Source

<1 %

76

[johannessimatupang.wordpress.com](http://johannessimatupang.wordpress.com)

Internet Source

<1 %

77

[repository.um-palembang.ac.id](http://repository.um-palembang.ac.id)

Internet Source

<1 %

78

[repository.unugha.ac.id](http://repository.unugha.ac.id)

Internet Source

<1 %

79

Submitted to Universitas Bina Darma

Student Paper

<1 %

80

[ansyarborablog.wordpress.com](http://ansyarborablog.wordpress.com)

Internet Source

<1 %

81

[dspace.uii.ac.id](http://dspace.uii.ac.id)

Internet Source

<1 %

82

[indiveni.re](http://indiveni.re)

Internet Source

<1 %

83

[jurnal.polsri.ac.id](http://jurnal.polsri.ac.id)

Internet Source

<1 %



84	<a href="http://media.neliti.com">media.neliti.com</a> Internet Source	<1 %
85	<a href="http://repository.unugiri.ac.id">repository.unugiri.ac.id</a> Internet Source	<1 %
86	<a href="http://www.science.gov">www.science.gov</a> Internet Source	<1 %
87	(12-21-13) <a href="http://222.124.203.59/gdl.php?mod=browse&amp;op=read&amp;id=jiptumm-gdl-s1-2002-heri-8628-resin">http://222.124.203.59/gdl.php?mod=browse&amp;op=read&amp;id=jiptumm-gdl-s1-2002-heri-8628-resin</a> Internet Source	<1 %
88	Gangadharan T., Kailasanathan C., Rajkumar P. R, Perumal. A., Chitra Priya Darshini K.R. "Tribological and Mechanical Properties of Hybrid nHAp/ SiO <sub>2</sub> /chitosan Composites Fabricated from Snail Shell Using Grey Rational Grade (GRG) Analysis", Silicon, 2021 Publication	<1 %
89	<a href="http://docobook.com">docobook.com</a> Internet Source	<1 %
90	<a href="http://ojs.politeknikjambi.ac.id">ojs.politeknikjambi.ac.id</a> Internet Source	<1 %
91	<a href="http://pt.scribd.com">pt.scribd.com</a> Internet Source	<1 %
92	<a href="http://repositorio.unac.edu.pe">repositorio.unac.edu.pe</a> Internet Source	<1 %

93	<a href="https://repository.iainkudus.ac.id">repository.iainkudus.ac.id</a> Internet Source	<1 %
94	<a href="https://repository.mercubuana.ac.id">repository.mercubuana.ac.id</a> Internet Source	<1 %
95	Zhenming Xu, Li Li. "Wear behavior of austenite steel matrix composite reinforced by in situ granular eutectics in impact abrasion", Materials Science and Engineering: A, 2006 Publication	<1 %
96	<a href="https://e-journal.sari-mutiara.ac.id">e-journal.sari-mutiara.ac.id</a> Internet Source	<1 %
97	<a href="https://library.universitaspertamina.ac.id">library.universitaspertamina.ac.id</a> Internet Source	<1 %
98	<a href="https://pak.uii.ac.id">pak.uii.ac.id</a> Internet Source	<1 %
99	<a href="https://repositori.uma.ac.id">repositori.uma.ac.id</a> Internet Source	<1 %
100	<a href="https://repository.unhas.ac.id">repository.unhas.ac.id</a> Internet Source	<1 %
101	<a href="https://research.iaun.ac.ir">research.iaun.ac.ir</a> Internet Source	<1 %
102	"Preface: Proceedings of the 4th International Seminar on Metallurgy and Materials (ISMM 2020)", AIP Publishing, 2021	<1 %

- |     |   |      |
|-----|---|------|
| 103 | R. Rosmamuhamadani, A.Z.O. Arawi, M.K. Talari, M.M. Mahat, N.N. Bonnia, Sabrina, M. Yahaya, S. Sulaiman, M.I.S. Ismail. "Wear characterization of nano-hydroxyapatite with addition of titanium (HA-Ti)", IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2018<br>Publication | <1 % |
| 104 | Submitted to UIN Sunan Gunung Djati Bandung<br>Student Paper  | <1 % |
| 105 | <a href="http://ejournal.ft.unsri.ac.id">ejournal.ft.unsri.ac.id</a><br>Internet Source   | <1 % |
| 106 | <a href="http://etheses.uin-malang.ac.id">etheses.uin-malang.ac.id</a><br>Internet Source   | <1 % |
| 107 | <a href="http://id.123dok.com">id.123dok.com</a><br>Internet Source   | <1 % |
| 108 | <a href="http://kelasfpkkstkipkn.blogspot.com">kelasfpkkstkipkn.blogspot.com</a><br>Internet Source   | <1 % |
| 109 | <a href="http://ojs.unimal.ac.id">ojs.unimal.ac.id</a><br>Internet Source   | <1 % |
| 110 | <a href="http://repository.upstegal.ac.id">repository.upstegal.ac.id</a><br>Internet Source   | <1 % |
| 111 | Lemster, K.. "Processing and microstructure of metal matrix composites prepared by  | <1 % |

pressureless Ti-activated infiltration using Fe-base and Ni-base alloys", Materials Science & Engineering A, 20050225

Publication

112

[rimayantisihite.blogspot.com](http://rimayantisihite.blogspot.com)

Internet Source

<1 %

113

[4inorganic.blogspot.com](http://4inorganic.blogspot.com)

Internet Source

<1 %

114

M. Khrussanova, E. Grigorova, I. Mitov, D. Radev, P. Peshev. "Hydrogen sorption properties of an Mg-Ti-V-Fe nanocomposite obtained by mechanical alloying", Journal of Alloys and Compounds, 2001

Publication

<1 %

Exclude quotes Off

Exclude matches Off

Exclude bibliography Off