

**KARAKTERISASI SIFAT FISIK DAN MEKANIK KOMPOSIT
HIDROKSIAPATIT-BOROSILIKAT DIBUAT DENGAN TEKNIK
*PRESSURE SINTERING***

DISERTASI

BURMAWI

1430412011



**PROGRAM PASCASARJANA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
2018**

CHARACTERIZATION OF PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF HYDROXYAPATIT-BOROSILICATE COMPOSITES MADE BY SINTERING PRESSURE TECHNIQUES

By: Burmawi

(Under the guidance of Novesar Jamarun, Syukri Arief and Gunawarman)

ABSTRACT

Today the use of biomaterials has been very well developed in the industrial world, sports and even the medical world. In the medical world one of the uses of this material is for bone grafts or for implants. The use of this biomaterial is expected to improve and replace the existing bone function, so that the bones can function normally.

During this time to replace and improve bone function is done by utilizing metal material. But the use of this metal has several disadvantages, among others: the price is expensive, the installation of futures means that in a certain period it must be reopened, corrosive and have other negative effects. To overcome the weaknesses of this metal material, it is necessary to find alternative materials that can repair or replace human bones.

Alternative material as a bone substitute selected in this study is bovine bone powder (HAp), because 93% content of the bones is hydroxyapatite and 7% tricalcium phosphate. This natural material is very suitable when used as bone substitution material, while as a binder particle is used borosilicate.

As far as we know there is no research on hydroxyapatite with borosilicate, especially about physical and mechanical properties. So it needs to be done by varying the composition, pressure compaction force and sintering temperature. In this study the characteristics of bovine bone hydroxyapatite were determined, then analyzed the characteristics of hydroxyapatite-borosilicate biocomposite material, then determined and analyzed the mechanical properties of hydroxyapatite biocomposite material with the addition of borosilicate by varying the composition, strong mold pressure and sintering temperature.

In this study two processes were carried out. The first is the process of forming hydroxyapatite from bovine bones and the second is the formation and physical testing and mechanical mechanics of hydroxyapatite-borosilicate composites. The first process is carried out in several stages.

The first stage is by extracting hydroxyapatite from the bone of the cow. Bovine bones are cleaned to remove impurities that are left in the bones. After that, cutting is done with an average size of 5 cm. After cutting the beef bone, it is boiled in a pot / presto until boiling for 3 hours. Boiling is intended to remove the remaining dirt or fat in the bone, then dry it.

The second stage is to destroy the bones of the cow with a shredder. The cow bone powder is again boiled to remove fat and proteins contained in the bone powder. Then the bone powder is dried in the sun to dry. To get a uniform powder size, the powder needs to be sieved with a certain size sieve.

The third step is the calcination process. Calcination is carried out in a furnace. Calcination was carried out at a temperature of 1000 ° C for 3 and 6 hours to obtain hydroxyapatite from bovine bones.

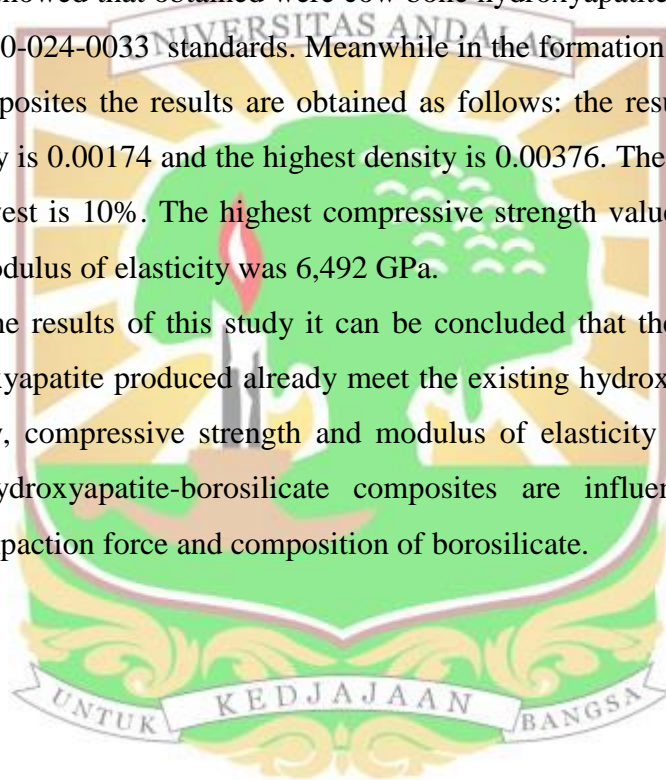
The fourth stage is the characterization testing phase. Characterization was carried out with XRD, FTIR and SEM tools. This is used to see the compounds and microstructure of the compounds formed from this process

The formation and testing of hydroxyapatite-borosilicate composites is carried out with the following stages: the first stage is the stage to form hydroxyapatite-borosilicate composites by mixing hydroxyapatite, SiO₂ and HBr with a composition of 90: 10, 85: 15, 80:20, 75:25 and 70 : 30. Mixing is done with the help of ball milling with 200 rpm rotation, 10 mm ball diameter with 35 pieces and 60 minutes mixing time. The second stage of the test specimen formation process with the help of compressive test equipment was formed into pellets with a diameter of 10 mm, height of 10 mm with compacting force varied by 5 KN, 15 KN and 25 KN. The third stage is the sintering process, the sintering process is carried out to make the composite material microstructure more tightly and with sintering temperature the binding process occurs between the matrix and filler in the composite material. Sintering temperature used is at temperatures of 800, 900 and 1000 ° C for 3 hours. The fourth stage is the testing phase

of both characterization testing with XRD, FTIR and SEM to see the compounds and microstructure of the composites formed from the process carried out. The fifth stage is the physical and mechanical testing phase of the hydroxyapatite-borosilicate composite, the physical properties being tested are the density and porosity properties. While the mechanical properties tested are compressive strength as well as the modulus of elasticity.

The results of the analysis on cow bone powder after different mechanical treatments and calcined at 1000 ° C for 3 and 6 hours turned out that the results of the characterization showed that obtained were cow bone hydroxyapatite and in accordance with ICDD No. 00-024-0033 standards. Meanwhile in the formation of hydroxyapatite-Borosilicate composites the results are obtained as follows: the resulting density with the lowest density is 0.00174 and the highest density is 0.00376. The highest porosity is 59% and the lowest is 10%. The highest compressive strength value was 52 MPa and the maximum modulus of elasticity was 6,492 GPa.

From the results of this study it can be concluded that the characteristics of cow bone hydroxyapatite produced already meet the existing hydroxyapatite standards. Density, porosity, compressive strength and modulus of elasticity resulting from the formation of hydroxyapatite-borosilicate composites are influenced by sintering temperature, compaction force and composition of borosilicate.



KARAKTERISASI SIFAT FISIK DAN MEKANIK KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT-BOROSILIKAT DIBUAT DENGAN TEKNIK *PRESSURE* *SINTERING*

Oleh : B u r m a w i
(Di bawah bimbingan Novesar Jamarun, Syukri Arief dan Gunawarman)

RINGKASAN

Dewasa ini pemanfaatan biomaterial sudah sangat berkembang baik di dunia industri, olahraga bahkan dunia medis. Di dunia medis salah satu pemanfaatan material ini adalah untuk *graft* tulang atau untuk implan. Pemakaian biomaterial ini diharapkan mampu memperbaiki dan mengganti fungsi tulang yang ada, sehingga tulang dapat berfungsi normal.

Selama ini untuk mengganti dan memperbaiki fungsi tulang dilakukan dengan memanfaatkan material logam. Namun penggunaan logam ini memiliki beberapa kelemahan antara lain: harganya mahal, pemasangannya berjangka artinya dalam jangka tertentu harus dibuka kembali, bersifat korosif dan memberikan efek negatif lainnya. Untuk mengatasi kelemahan yang dimiliki oleh material logam ini perlu dicari material alternatif yang dapat memperbaiki atau mengganti tulang manusia.

Material alternatif sebagai pengganti tulang yang dipilih pada penelitian ini adalah serbuk tulang sapi (HAp), karena tulang sapi memiliki kandungan 93% adalah hidroksiapatit dan 7% *tricalcium phosphate*. Bahan alami ini sangat cocok bila digunakan sebagai bahan substitusi tulang, sedangkan sebagai partikel pengikat digunakan borosilikat.

Sepanjang pengetahuan kami belum ada penelitian tentang hidroksiapatit dengan borosilikat terutama tentang sifat fisis maupun mekaniknya. Sehingga perlu dilakukan dengan memvariasikan komposisi, gaya kompaksi tekanan dan temperatur sintering. Dalam penelitian ini ditentukan karakteristik dari hidroksiapatit tulang sapi, kemudian dianalisa karakteristik material biokomposit hidroksiapatit-borosilikat, selanjutnya ditentukan dan dianalisa sifat mekanik material biokomposit hidroksiapatit dengan

penambahan borosilikat dengan memvariasikan komposisi, kuat tekanan cetakan dan temperatur sintering.

Pada penelitian ini dilakukan dua proses. Pertama adalah proses pembentukan material hidroksiapatit dari tulang sapi dan kedua yaitu pembentukan dan pengujian fisik serta mekanik komposit hidroksiapatit-borosilikat secara mekanik. Proses pertama dilakukan dengan beberapa tahap.

Tahap pertama yaitu dengan mengekstrak hidroksiapatit dari tulang sapi. Tulang sapi dibersihkan untuk menghilangkan unsur pengotor yang tersisa pada tulang. Setelah itu dilakukan pemotongan dengan ukuran rata-rata 5 cm. Setelah dipotong tulang sapi tersebut direbus dalam panci/presto sampai mendidih selama 3 jam. Perebusan dimaksudkan untuk mengeluarkan sisa kotoran atau lemak yang ada pada tulang, kemudian dijemur.

Tahap kedua adalah menghancurkan tulang sapi dengan mesin penghancur. Serbuk tulang sapi tersebut kembali direbus ulang untuk menghilangkan lemak dan protein-protein yang terkandung dalam serbuk tulang tersebut. Kemudian serbuk tulang di jemur sampai kering. Untuk mendapatkan ukuran serbuk yang seragam maka serbuk tersebut perlu diayak dengan ayakan ukuran yang tertentu.

Tahap ketiga adalah proses kalsinasi. Kalsinasi dilakukan dalam sebuah tungku. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 1000°C selama 3 dan 6 jam untuk mendapatkan hidroksiapatit tulang sapi.

Tahap keempat adalah tahap pengujian karakterisasi. Karakterisasi dilakukan dengan alat XRD, FTIR dan SEM. Hal ini digunakan untuk melihat senyawa maupun struktur mikro dari senyawa yang terbentuk dari proses yang dilakukan ini

Pembentukan dan pengujian komposit hidroksiapatit-borosilikat dilakukan dengan tahapan sebagai berikut: tahap pertama adalah tahapan untuk membentuk komposit hidroksiapatit-borosilikat dengan cara mencampur hidroksiaptit, SiO_2 dan HBr dengan komposisi 90 :10, 85: 15, 80:20, 75:25 dan 70:30. Pencampuran dilakukan dengan bantuan ball milling dengan putaran 200 rpm, diameter bola 10 mm dengan jumlah 35 buah serta waktu pencampuran 60 menit. Tahap kedua proses pembentukan spesimen uji dengan bantuan alat uji tekan dibentuk menjadi pellet dengan ukuran diameter 10 mm, tinggi 10 mm dengan gaya kompaksi yang divariasikan sebesar 5 KN,

15 KN dan 25 KN. Tahap ketiga proses sintering, proses sintering ini dilakukan untuk membuat material komposit secara mikrostruktur menjadi lebih rapat dan dengan temperatur sintering terjadi proses pengikatan antara matrik dan filler dalam material komposit tersebut. Temperatur sintering yang digunakan adalah pada temperatur 800, 900 dan 1000°C selama 3 jam. Tahap ke empat adalah tahap pengujian baik pengujian karakterisasi dengan XRD, FTIR dan SEM untuk melihat senyawa maupun struktur mikro dari komposit yang terbentuk dari proses yang dilakukan. Tahap kelima adalah tahap pengujian baik fisik maupun mekanis dari komposit hidroksiapatit-borosilikat, sifat fisik yang diuji adalah sifat densitas dan porositasnya. Sementara untuk sifat mekanik yang diuji adalah kekuatan tekan sekaligus dengan modulus elastisitasnya.

Hasil analisis yang pada serbuk tulang sapi setelah dilakukan perlakuan mekanik yang berbeda dan dikalsinasi pada temperatur 1000°C selama 3 dan 6 jam ternyata hasil karakterisasi menunjukkan yang didapat adalah hidroksiapatit tulang sapi dan sesuai dengan standar ICDD No.00-024-0033. Sementara itu dalam pembentukan komposit hidroksiapatit-Borosilikat didapat hasilnya sebagai berikut: densitas yang dihasilkan dengan densitas terendah sebesar 0,00174 dan yang tertinggi 0,00376. Porositas yang tertinggi sebesar 59 % dan terendah sebesar 10 %. Nilai kekuatan tekan nilai tertinggi dihasilkan sebesar 52 MPa dan nilai modulus elastisitas yang maksimum adalah sebesar 6,492 GPa.

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa karakteristik hidroksiapatit tulang sapi yang dihasilkan sudah memenuhi standar hidroksiapatit yang ada. Densitas, porositas, kekuatan tekan dan modulus elastisitas yang dihasilkan dari pembentukan komposit hidroksiapatit-borosilikat ini dipengaruhi oleh temperatur sintering, gaya kompaksi dan komposisi dari borosilikat.