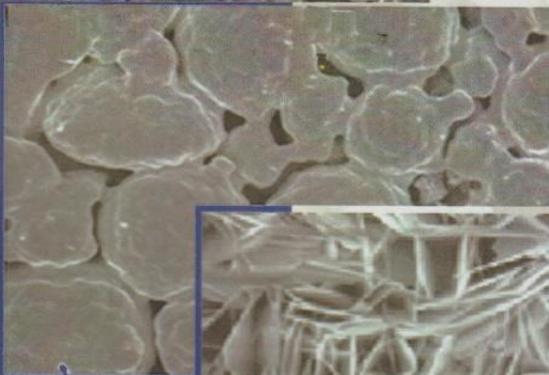
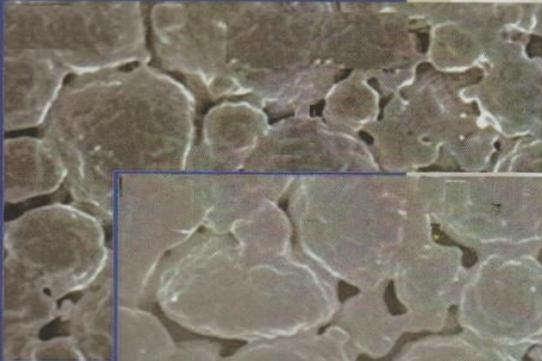


Amir Arifin

**PENGEMBANGAN KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT / TITANIUM
SEBAGAI IMPLAN MENGGUNAKAN TEKNOLOGI
METAL INJECTION MOLDING (MIM)**



**PENGEMBANGAN KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT/TITANIUM
SEBAGAI IMPLAN MENGGUNAKAN TEKNOLOGI *METAL*
INJECTION MOLDING (MIM)**

Sanksi Pelanggaran Pasal 72:
Undang-Undang Nomor 19 Tahun 2002
Tentang Hak Cipta

1. Barangsiapa dengan sengaja melanggar dan tanpa hak melakukan perbuatan sebagaimana dimaksud dalam Pasal 2 Ayat (1) atau Pasal 49 Ayat (1) dan Ayat (2) dipidana dengan pidana penjara masing-masing paling singkat 1 (satu) bulan dan/atau denda paling sedikit Rp1.000.000,00 (satu juta rupiah), atau pidana penjara paling lama 7 (tujuh) tahun dan/atau denda paling banyak Rp5.000.000.000,00 (lima miliar rupiah).
2. Barangsiapa dengan sengaja menyiarkan, memamerkan, mengedarkan, atau menjual kepada umum suatu ciptaan atau barang hasil pelanggaran hak cipta atau hak terkait sebagai dimaksud pada Ayat (1) dipidana dengan pidana penjara paling lama 5 (lima) tahun dan/atau denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).

**PENGEMBANGAN KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT/TITANIUM
SEBAGAI IMPLAN MENGGUNAKAN TEKNOLOGI *METAL*
*INJECTION MOLDING (MIM)***

AMIR ARIFIN



PENGEMBANGAN KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT/TITANIUM
SEBAGAI IMPLAN MENGGUNAKAN TEKNOLOGI *METAL*
INJECTION MOLDING (MIM)

AMIR ARIFIN

UPT.Penerbit dan Percetakan
Universitas Sriwijaya 2017
Kampus Unsri Palembang
Jalan Srijaya Negara, Bikit BESar Palembang 30139
Telp. 0711-360969
Email: unsri.press@yahoo.com, penerbitunsri@gmail.com
Website: www.unsri.unsripress.ac.id

Anggota APPTI No. 026/KTA/APPTI/X/2015
Anggota IKAPI NO. 001/SMS/2009

Pemenang Hibah Buku Ajar Tahun 2016
Keputusan Rektor Universitas Sriwijaya
No. 0311/UN9/PG/2016, Tanggal 02 Desember 2016

Penyunting : Gunawan
Setting dan layout isi : Devi
Cetakan Pertama, maret 2017
X + 82 hal: 24 x 16 cm

Hak cipta dilindungi oleh undang-undang.
Dilarang memperbanyak sebagian atau seluruh isi dari buku ini dalam bentuk apapun, baik secara elektronik maupun bentuk lainnya termasuk memfoto copi, merekam, atau dengan sistem penyimpanan lainnya, tanpa izin tertulis dari penerbit.

ISBN : 979-587-676-7

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis haturkan ke hadirat Allah SWT, karena atas karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan buku ini. Tiada lain buku ini saya persembahkan untuk siapa saja yang ingin mempelajari pengembangan komposit HA/Ti sebagai implan menggunakan teknologi *Metal Injection Molding* (MIM).

Buku ini tersusun dalam 5 bab. Bab 1 menguraikan tentang sejarah pengembangan, serta dasar-dasar teknologi MIM. Beberapa industri manufaktur terkini yang memanfaatkan teknologi ini juga diuraikan di bab ini.

Selanjutnya pada Bab 2 menjelaskan pengembangan komposit HA/Ti sebagai material implan. Metode fabrikasi komposit HA/Ti serta sifat bioaktivitasnya dapat di baca pada bab ini.

Pada Bab 3 dijelaskan karakterisasi bahan baku untuk MIM jika *stearin* sawit digunakan sebagai binder.

Sampai pada saat penelitian ini dilakukan, penggunaan *stearin* sawit digunakan sebagai binder untuk komposit HA/Ti belum pernah dilakukan oleh peneliti lainnya.

Bab 4 memfokuskan pada fabrikasi komposit HA/Ti. Pada bab ini dibahas dekomposisi material yang terjadi akibat proses sintering serta sifat mekaniknya. Sedangkan sifat bioaktifitas material ini diuraikan di Bab 5.

Harapan kami, penulisan buku ini mampu memberi manfaat untuk pengembangan material implan menggunakan prinsip metalurgi serbuk khususnya yang menggunakan material HA/Ti dan teknologi MIM. Namun tidak ada gading yang tidak retak, Penulis dengan lapang dada akan menerima semua kritikan dan masukan untuk penyempurnaan buku ini.

Palembang, Oktober 2016

Penulis,

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	vii
Daftar Isi	xi
BAB I Pendahuluan	1
1. Metal Injection Molding (MIM)	1
2. Aplikasi Teknologi MIM.....	2
3. Proses MIM	5
4. Rangkuman	9
BAB II Pengembangan Komposit HA/Ti Sebagai Implan	10
1. Pendahuluan	10
2. Kriteria Biomaterial	12
3. Titanium dan Paduan Titanium.....	14
4. Hidroksiapatit (HA)	16
5. Struktur Berpori	17
6. Interaksi Paduan Titanium dan HA	19
6.1. Lingkungan Argon.....	19
6.2. Lingkungan Udara.....	21
6.3. Lingkungan Vacuum	22
6.4. Lingkungan Nitrogen.....	24
7. Struktur Nano dari Sistem HA/Ti	25
8. Pengujian <i>in vitro</i> dan <i>in vivo</i>	26
9. Metalurgi Serbuk	28
10. Kompaksi <i>Isostatic</i>	29
11. Penyemprotan Plasma.....	32
12. Metal Injeksi Molding (MIM)	34
13. Rangkuman.....	36
BAB III Karakterisasi Bahan Baku pada Serbuk HA/Ti ₆ Al ₄ V Dengan <i>Binder Stearin</i> Sawit	38
1. <i>Stearin</i> Sawit Sebagai Binder.....	38
2. Sifat Reologi	43

3. Karakteristik Debinding.....	47
4. Rangkuman	49
BAB IV Fabrikasi Komposit HA/ Ti₆Al₄V Menggunakan Metoda MIM	50
1. MIM Komposit HA/Ti ₆ Al ₄ V	50
2. Injectionmoulding.....	51
3. Fabrikasi Komposit 50%Wt HA /50%Wt Ti ₆ Al ₄ V 52	
4. Fabrikasi Komposit 10%Wt HA /90%Wt Ti ₆ Al ₄ V 55	
6. Rangkuman	68
BAB V Bioaktivitas Komposit HA/Ti₆AL₄V	70
1. Pengujian <i>in vitro</i>	70
2. Rangkuman	75
DAFTAR PUSTAKA	77

BAB I PENDAHULUAN

1. METAL INJECTION MOLDING (MIM)

Proses *Metal Injection Molding* (MIM) merupakan salah satu proses yang mampu menghasilkan bentuk bersih (*net shape*). MIM adalah kombinasi antara proses *Plastic Injection Molding* (PIM) dan Metalurgi Serbuk (German et al., 1997). Metode MIM sesuai untuk menghasilkan produk dengan presisi tinggi yang memiliki bentuk kecil serta kompleks dalam jumlah yang besar. MIM mampu mengurangi biaya pembuatan ketika produk yang dihasilkan dalam jumlah yang besar.

PIM pertama kali diperkenalkan pada tahun 1909, dengan menginjeksikan polimer termoseting Bakelite. Pada perkembangan selanjutnya, penggunaan polimer termoplastik mulai diperkenalkan. Polimer termoplastik yang umum digunakan adalah polyethylene dan polypropylene. *Powder injection molding* kemudian berkembang mengikuti perkembangan PIM. Pada tahun 1930 *Powder injection molding* berhasil di gunakan untuk memproduksi keramik yang digunakan pada busi. Sedangkan MIM, baru digunakan untuk memproduksi komponen pada tahun 1970.

Pada awal perkembangannya, MIM mengalami kendala dalam produksi dan komersialisasi karena kurang berkembangnya teknologi dan peralatan proses. Namun seiring dengan ditemukannya mikroprosesor, industri manufaktur menggunakan MIM meningkat secara drastis. Penggunaan mikroprosesor ini yang mampu digunakan untuk mengontrol proses pembentukan dan proses sintering yang memungkinkan proses berjalan secara siklus berulang dan bebas cacat serta toleransi yang tinggi. Hingga saat ini, hampir 80% dari proses *powder injection molding* digunakan untuk memproses logam dengan menggunakan MIM (Heaney, 2012).

2. APLIKASI TEKNOLOGI MIM

Paten MIM pertama diajukan oleh Ron Rivers, menggunakan *binder* selulosa-air gliserin namun tidak berhasil. Upaya berikutnya dengan binder berbasis lilin dan termoplastik, namun belum menghasilkan produk yang memuaskan. MIM akhirnya mampu menarik perhatian industri manufaktur setelah pada tahun 1979 dikembangkannya metode MIM untuk memproduksi ulir

seal yang digunakan pada *Boeng jetliner* dan ruang bakar serta injector untuk mesin roket.

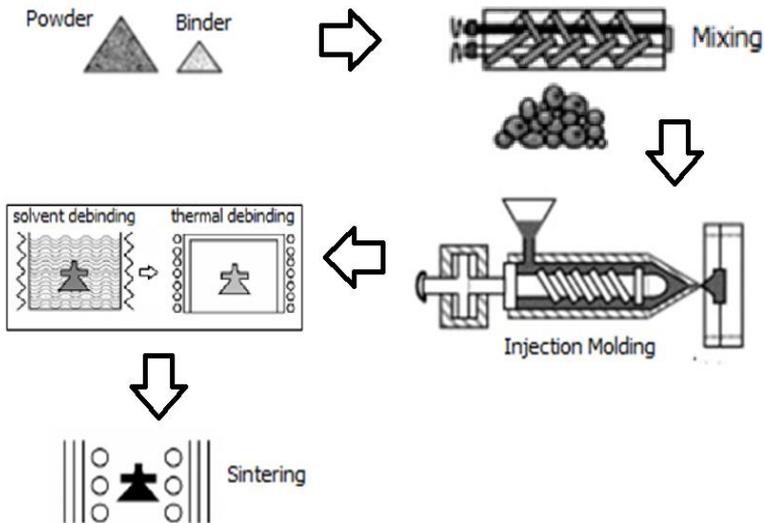
Saat ini MIM secara efektif telah digunakan untuk menghasilkan produk. Beberapa kelompok industri yang mengaplikasikan teknologi ini antara lain:

- ❖ Industri senjata api (Glock, Colt, Remington),
- ❖ Komputer (Hewlett Packard, Dell, Apple, Seagate),
- ❖ Telepon seluler (Motorola, Samsung, Apple),
- ❖ Hand tool (Sears, Leatherman, Snap-on tools),
- ❖ Industri komponen (Swagelok, Pall, LG), dan
- ❖ Otomotif (Mercedes-Benz, Borg-Warner, Honda, BMW, Toyota, Chrysler).

Berbagai kegiatan ilmiah seperti konferensi terkemuka yang difokuskan pada MIM telah dimulai sejak tahun 1990 dan berlanjut hingga hari ini, di mana peserta berkumpul untuk berbagi informasi tentang kemajuan teknologi. Pada konferensi ini para pelaku di industri umumnya berasal dari salah satu sektor berikut:

- ❖ Gigi ortodontik yang terbuat dari baja atau paduan kobalt – kromium;

- ❖ Komponen mesin tik;
- ❖ Komponen jam termasuk pemberat, bezel, casing, band, dan gesper;
- ❖ Komponen kamera yang termasuk switch dan tombol;
- ❖ Komponen senjata api seperti pemicu, badan senjata, dan safeties;
- ❖ *Cutting tool* karbida dan insert pemotong logam;
- ❖ Komponen elektronik terutama untuk Sistem elektronik yang menggunakan Sealing kaca-logam;
- ❖ Barang-barang perawatan pribadi seperti alat pemangkas rambut;
- ❖ Alat-alat tangan medis untuk operasi bedah khusus;
- ❖ Mesin roket yang menggunakan bahan khusus seperti niobium;
- ❖ Komponen kantong udara aktuator otomotif yang menggunakan baja stainless hardenable;
- ❖ Amunisi;
- ❖ Rotor turbocharger untuk truk dan mobil yang terbuat dari baja tahan karat suhu tinggi atau nikel *Superalloy*



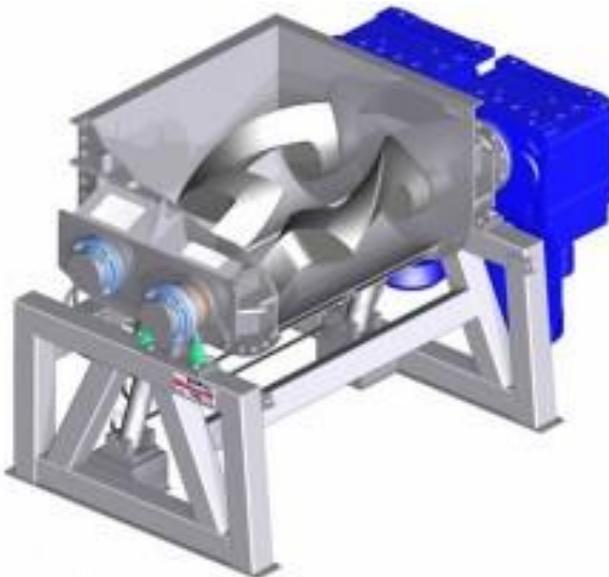
Gambar 1. Tahapan proses injeksi logam

3. PROSES MIM

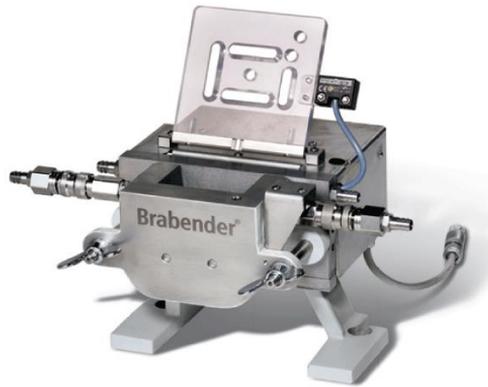
Seperti ditunjukkan pada Gambar. 1. PIM sendiri adalah kombinasi dari dua metode: plastik injeksi molding dan metalurgi serbuk. Di MIM, fraksi volume plastik untuk PIM diganti dengan bubuk logam, yang dicampur dengan plastik menjadi pasta (bahan baku). Bahan baku disuntikkan ke dalam mesin cetak (*green part*), diikuti oleh ekstraksi pengikat dan akhirnya oleh sintering.

Proses injeksi logam menawarkan biaya produksi berkurang terutama dalam memproduksi komponen

kompleks dalam jumlah besar. Dalam pengolahan titanium menggunakan MIM, produk akhir dipengaruhi oleh ukuran produk yang kecil dan kompleks serta kontaminasi oleh karbon, oksigen, dan nitrogen. Kontaminasi yang terjadi pada antarmuka bentuk oksida dari partikel dapat menginisiasi retak. Tingkat kontaminasi bahan berkontribusi kontribusi untuk sifat kelelahan dari produk. Beberapa peralatan yang umum digunakan dalam MIM dapat dilihat pada Gambar 2-6.



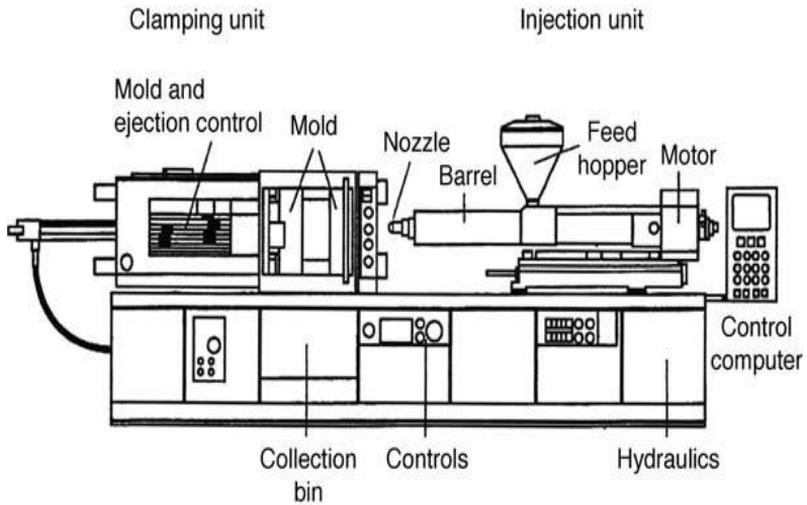
Gambar 2. Winkworth pisau sigma mixer
(<http://www.winkworthused.co.uk/>)



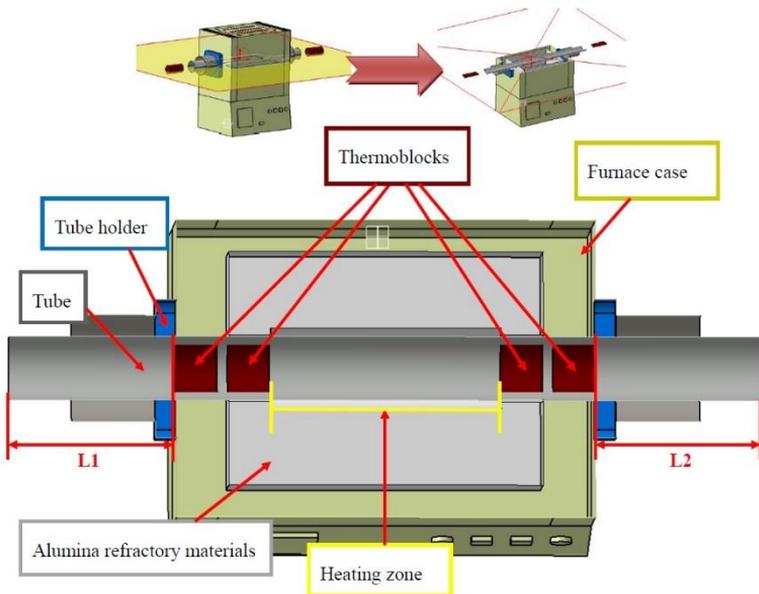
Gambar 3. Brabender mixer (www.cwbrabender.com)



Gambar 4. Debinding termal (Heaney, 2012)



Gambar 5. Injeksi Moulding (Heaney, 2012)



Gambar 6. Tungku tube (<http://www.mtixtl.com/>)

4. RANGKUMAN

Proses *Metal Injection Molding* (MIM) merupakan salah satu proses yang mampu menghasilkan bentuk bersih (*net shape*). MIM adalah kombinasi antara proses *Plastic Injection Molding* (PIM) dan Metalurgi Serbuk. Semenjak diperkenalkan, MIM telah menarik perhatian industry manufaktur karena kemampuan metode ini untuk memproduksi komponen yang kompleks secara massal dan presisi. Pemanfaatan metode MIM telah meningkat secara signifikan dalam hal ukuran dan teknologi. Proses MIM meliputi pencampuran serbuk, injeksi, debinding dan sintering.

BAB II

PENGEMBANGAN KOMPOSIT HA/TI SEBAGAI IMPLAN

1. PENDAHULUAN

Seiring dengan pesatnya pertumbuhan penduduk dunia, terdapat peningkatan permintaan untuk implan untuk disfungsi tulang yang disebabkan oleh penyakit seperti arthritis dan kanker. Implan tersebut diperlukan untuk memperbaiki atau mengganti organ/jaringan tubuh manusia seperti tulang. Namun, mengingat keunikan struktur dan sifat mekanik yang dimiliki tulang, maka untuk memperbaiki atau mengubahnya merupakan suatu tantangan tersendiri.

Sejak diperkenalkannya biokeramik sebagai implan medis pada tahun 1960, implan logam seperti paduan titanium, stainless steel, dan paduan kobalt-kromium telah banyak digunakan dalam aplikasi medis (Best et al., 2008). Pada periode awal pengembangan implan medis, satu-satunya kriteria adalah kesesuaian bahan implan (*biocompatibility*) dan non-toksisitas. Saat ini, kriteria berkembang dengan memasuk sifat fisik material implan tulang dan kemampuannya untuk

mempromosikan pertumbuhan jaringan tubuh (*bioactive*) (Dorozhkin, 2010).

Implan berbasis logam cenderung memiliki *modulus Young* yang lebih tinggi dari tulang, yang dapat menyebabkan *stress shielding*. *Stress shielding* ini mengacu pada pengurangan kepadatan tulang (*osteopenia*) sebagai akibat dari hilangnya tegangan khas dari tulang karena penggunaan implan (misalnya, penggunaan komponen femoralis pada *prostesis* pinggul). Implan logam juga kurang memiliki biokompatibilitas yang diperlukan untuk mempromosikan pertumbuhan jaringan/sel. Namun, implan berbasis logam memiliki sifat mekanik yang bermanfaat seperti kekuatan serta ketahanan korosi yang sangat baik.

Hidroksiapatit (HA) adalah bahan biokeramik dengan sifat mekanik yang buruk, terutama jika digunakan sebagai tulang yang menahan beban. Namun, HA memiliki struktur yang mirip dengan tulang dan dapat mempromosikan pertumbuhan jaringan alami. Menggabungkan titanium alloy dengan HA dapat menciptakan biomaterial baru dengan sifat mekanik dan biologis yang sangat baik (Thian et al., 2005; Dorozhkin, 2010; K. Niespodziana et al., 2010; Hayashi et al., 2012). Sehingga, penelitian tentang bahan ini dan

proses persiapannya telah banyak dilakukan. Pada bab ini bertujuan untuk meninjau interaksi antara paduan titanium dan HA sebagai implan komposit medis. Metode umum menggabungkan HA dan titanium juga dibahas.

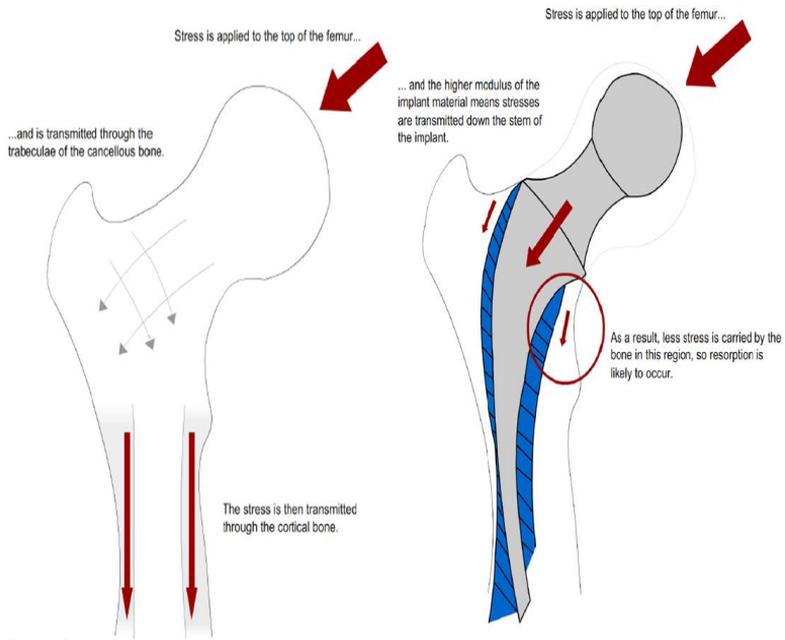
2. KRITERIA BIOMATERIAL

Pada periode awal pengembangan bahan implan, material dianggap cocok untuk menggantikan jaringan/organ tubuh alami jika memiliki minimal atau nol toksisitas. Kemudian, dikembangkan material yang memiliki kemampuan untuk mempromosikan pertumbuhan jaringan/organ tubuh alami. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mencapai tujuan tersebut dalam hal proses pengolahan dan modifikasi bahan (Nakano et al., 2006; Katarzyna Niespodziana et al., 2006; Sopyan et al., 2016). Biomaterial untuk implan tidak boleh bersifat sitotoksik. Sitotoksitas disebabkan oleh peningkatan kadar ion logam dalam darah. Dengan demikian, Biokompatibilitas sendiri dapat diterjemahkan sebagai "tidak membahayakan" bagi tubuh dan karena mendorong penyembuhan. Kekasaran permukaan implan juga berpengaruh untuk meningkatkan ikatan antara bahan implan dan jaringan. Struktur berpori dan

permukaan kasar juga diperlukan untuk memfasilitasi pertumbuhan tulang dan *osteointegration*, fitur ini meningkatkan luas permukaan yang memungkinkan pertumbuhan sel pada antarmuka tulang/implan. Diameter pori minimum yang diperlukan untuk *osteoconduction* setidaknya 50 μm , dan diameter optimum adalah 300 μm .

Stress shielding adalah masalah umum pada biomaterial. Fenomena ini muncul ketika *modulus Young* dari tulang dan bahan implan yang berbeda (Gambar 7). Kebanyakan biomaterial berdasarkan logam dan keramik memiliki *modulus Young* lebih tinggi dari tulang kortikal dan trabekular (Nakano et al., 2006) (Tabel 1).

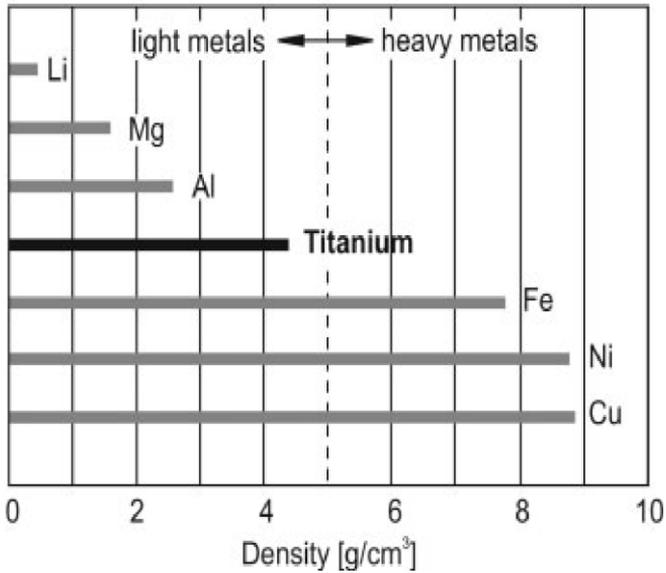
Proses pemilihan material dan metode manufaktur telah dilakukan untuk mengatasi masalah ini. Paduan titanium merupakan bahan implan yang potensial karena modulus youngnya lebih dekat dengan yang tulang (10-30GPa) dari implan logam lainnya. Pendekatan lain melibatkan pengendalian modulus Young dari tulang dengan memodifikasi porositas.



Gambar 7. Mekanisme stress shielding

3. TITANIUM DAN PADUAN TITANIUM

Sejak pertengahan 1940-an, titanium dan paduannya telah banyak digunakan untuk aplikasi medis, struktur aerospace, dan industri kimia. Banyak peneliti terus mengembangkan paduan titanium untuk aplikasi medis karena sifatnya yang unik, seperti kekuatan tinggi, ringan dan bio-inert. Titanium dan paduannya diklasifikasikan sebagai bahan ringan dengan kekuatan tertentu yang cukup tinggi dalam struktur teknik (Gambar 8).



Gambar 8. Densitas beberapa bahan (Leyens C, 2006)

Tabel 1. Perbandingan mekanik implan sifat bahan (Leyens C, 2006)

	E (GPa)	YS (MPa)	σ_f (MPa)	% EL	BF $\cdot 10^{-3}$
FeCrNiMo (316L)	210	450	250	40	1.2
CoCr	200	500	300	8	1.5
CoNiCr	220	850	500	20	2.3
TiAl6VA	105	900	550	13	5.2
TiAl5Fe2.5	105	900	550	15	5.2
cp-Ti	100	300	200	40	1,8
cp-Ta	200	300	200	40	1.3
cp-Nb	120	250	150	70	1.3

YS = Yield Strenght, E = muda Modulus, σ_f = kelelahan kekuatan, BF = biofunctionality = σ_f/E , % EL = Pemanjangan

Titanium memiliki densitas 4,5 g/cm³ dan titik leleh 1.668 ° C (Tabel 1). Paduan Titanium memiliki kekuatan tarik dari sekitar 1400 MPa pada suhu kamar. Pada suhu tinggi, titanium menjadi reaktif dengan bahan lain. Sementara itu, paduan titanium memiliki ketahanan korosi yang tinggi pada suhu kamar, serta biokompatibilitas yang baik dan film oksida pasif pada permukaan yang stabil. Paduan Titanium dapat dibagi menjadi paduan α -, ($\alpha + \beta$) -, dan β -. Jenis paduan β - memiliki modulus Young terendah (Table 1) yang paling dekat dengan modulus Young tulang (10-30 GPa).

4. HIDROKSIAPATIT (HA)

Keberadaan hidroksiapatit secara teoritis pertama kali disarankan pada tahun 1912. HA adalah salah satu struktur apatit yang ditemukan di batu. Struktur apatit memiliki rumus dasar $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{X}_2$. X dalam formula adalah anggota kelompok representasi dari apatit yang terdiri dari hidroksil (OH) kelompok untuk hidroksiapatit, fluoride (F) kelompok untuk fluorapatite, klorida (Cl) kelompok untuk chlorapatite. Sintetis HA diterapkan secara luas sebagai pengganti jaringan keras dari tubuh

manusia yang rusak akibat penyakit atau kecelakaan. HA sebagai implan dapat berikatan dengan tulang dan meningkatkan pertumbuhan jaringan alam karena kesamaan kimia untuk mineral tulang (Ruys et al., 1995).

Pada suhu tinggi, HA mengalami dekomposisi, yang dimulai dengan dehidroksilasi pada sekitar 900 °C di udara dan di 850 °C dalam suasana bebas air. Tahap berikutnya adalah dekomposisi, yang menghasilkan tetra kalsium fosfat (TTCP) dan tri kalsium fosfat (TCP). TCP terdiri dari β -TCP pada temperatur kurang dari 1200 °C dan α -TCP pada temperatur lebih dari 1200 °C. HA kehilangan banyak kelompok hidroksil di atas temperatur 1300 °C, dan dengan demikian kehilangan berat badan yang signifikan. Penelitian lain mengungkapkan bahwa pada > 1350 °C, kekuatan HA drastis menurun.

5. STRUKTUR BERPORI

Struktur berpori dalam bahan implan memiliki fungsi tidak hanya untuk menurunkan *modulus Young* dari implan materi tetapi juga untuk memfasilitasi *osteointegration*. Selain itu, karakteristik struktur berpori berperan penting dalam regenerasi tulang

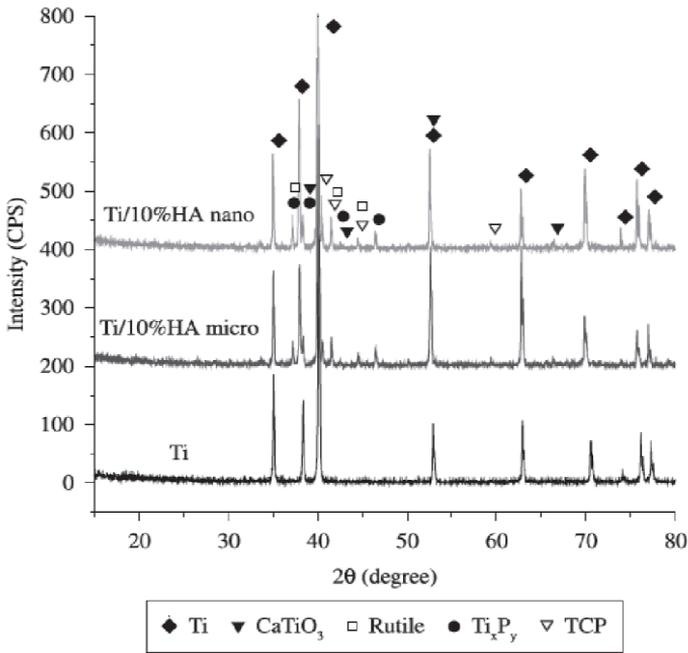
(Karageorgiou et al., 2005). Struktur berpori dapat dibagi menjadi sel terbuka atau tertutup. Dalam kondisi sel terbuka, setiap sel dalam struktur terkoneksi. Dalam sel yang tertutup, tidak ada koneksi ada antara sel-sel pada struktur. Interkoneksi setiap sel sangat penting untuk memungkinkan darah dan nutrisi ke dalam struktur untuk mendorong pertumbuhan tulang dan *osteointegration*. Ukuran pori tergantung pada aplikasi dan dengan demikian tidak memiliki ukuran standar. Untuk tulang pertumbuhan, ukuran pori minimum adalah 50 μm . Pori-pori besar akan cenderung lebih cepat kehabisan darah dan nutrisi dibanding pori-pori kecil. Dengan demikian, ukuran pori perlu dipertimbangkan ketika memeriksa sifat mekanik implan.

Metalurgi serbuk (*Powder Metallurgy*, PM) dapat digunakan untuk menghasilkan implan yang memiliki gabungan antara pori-pori kecil dan besar. Hal ini dapat dilakukan dengan menyesuaikan ukuran serbuk, tekanan, dan temperatur sintering, serta dengan menggunakan metode penambahan bubuk untuk *space holder* pada proses metalurgi serbuk (Chen et al., 2009). *Space holder* yang biasa gunakan adalah butiran NaCl, serbuk sagu dan lain-lain. *Space holder* akan hilang pada saat sintering dan meninggalkan jejak.

6. INTERAKSI PADUAN TITANIUM DAN HA

Stabilitas termal HA pada proses sintering akan mempengaruhi dekomposisi HA, sehingga dalam proses sintering fase HA/Ti, TCP dan TTCP umumnya ditemukan dalam implan setelah dehidroksilasi dan dekomposisi (Chu et al., 2006).

6.1. Lingkungan Argon

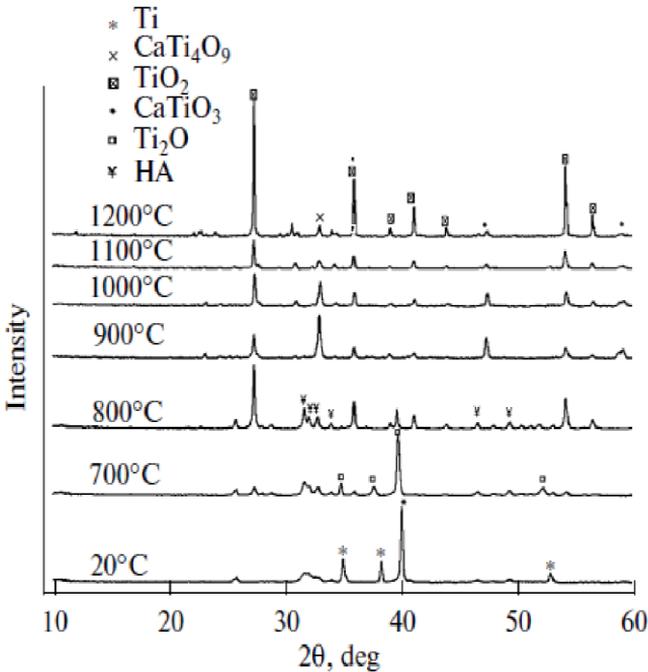


Gambar 9. Pola XRD dari Ti / 10% HA komposit pada 1200 °C selama 2 jam di bawah kondisi Argon (Balbinotti et al., 2011)

Seperti telah dibahas sebelumnya, dehidroksilasi dimulai sekitar 900 °C di udara dan pada 850 °C dalam suasana bebas air. HA murni stabil sampai 1200 °C di bawah atmosfer argon. Namun, dalam komposit HA/Ti, ion Ti bereaksi dengan udara terdehidrasi dengan HA untuk menghasilkan titanium oksida, sehingga mempercepat dehidroksilasi dan dekomposisi HA di sekitar 800 °C. CaO dan TTCP adalah produk utama dari dekomposisi HA dalam sistem Ti/HA dengan meningkatnya suhu sintering. TTCP kemudian terurai

menjadi CaO pada > 1200 °C sehingga hanya dua fase terbentuk, yaitu, CaO dan fase *amorf*. Beberapa peneliti melaporkan bahwa pada sekitar 1026 °C di bawah atmosfer argon, produk dekomposisi adalah kalsium titanat, Ti_xPy , dan fase TCP, seperti yang ditunjukkan pada hasil XRD pada Gambar 9. Fase ini terbentuk di batas butir yang menutupi partikel titanium.

6.2. Lingkungan Udara

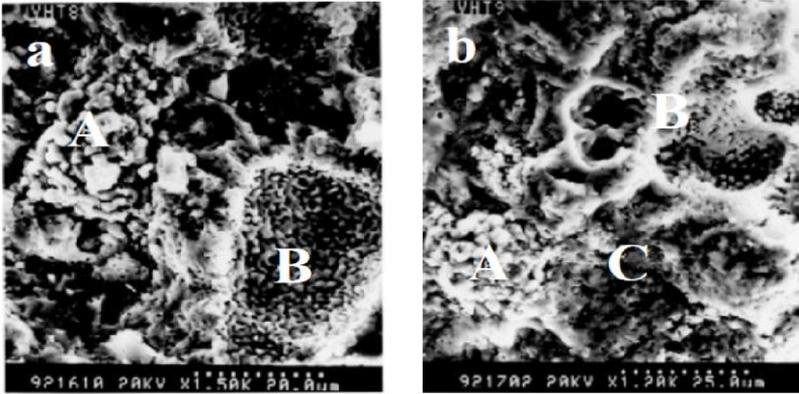


Gambar 10. Pola XRD dari / HA komposit di bawah lingkungan udara (Berezhnaya et al., 2009)

Interaksi dalam komposit Ti/HA di udara pada 700-1200 °C telah diteliti dan ditemukan bahwa titanium teroksidasi (Gambar 10)(Egorov et al., 2010). Hasil ini didukung oleh penelitian lain pada oksidasi yang ekstrim pada 1100 °C.

TiO₂ diproduksi pada 800 °C, dan hanya dua fase kristal ada: TiO₂ dan kalsium titanat (CaTiO₃). CaTiO₃ diproduksi oleh interaksi antara titanium dan HA. Peneliti lain membandingkan hasil anil di udara dan argon (Berezhnaya et al., 2009). Anil spesimen 'di argon memiliki permukaan halus, dan anil di udara memiliki permukaan yang ditutupi dengan titanium oksida. Selain itu, terungkap bahwa bahwa anil di udara mengurangi biokompatibilitas karena rasio optimum Ca/P tidak tercapai. Biokompatibilitas optimal HA dicapai pada sekitar 1.5-1.7Ca / P.

6.3. Lingkungan Vacuum

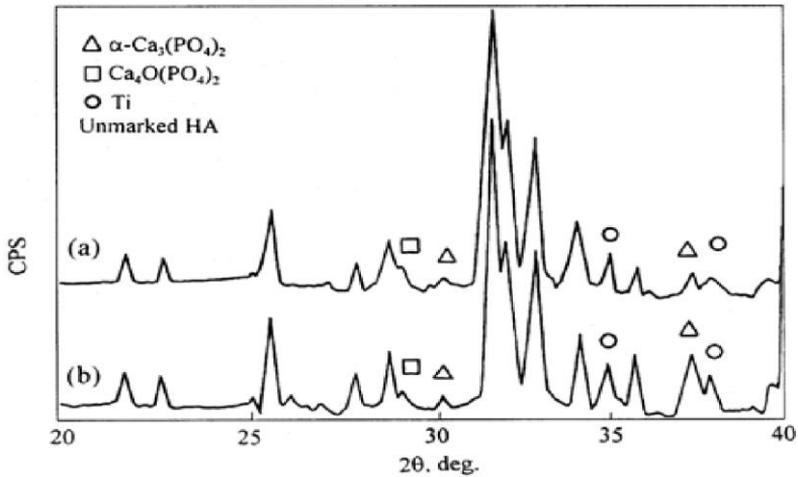


Gambar 11. Scanning mikrograf elektron dari morfologi fraktur Ti / HA komposit dalam ruang hampa: (a) 80% HA (1500 x perbesaran asli) dan (b) 90% HA (1200 x perbesaran asli). (A) agregasi Granular, (B) daerah berpori, dan (C) fase kaca (Yang et al., 2004)

Yang et al. mempelajari HA / Ti komposit dalam vakum pada 1100 °C, dan menemukan pembentukan TCP, TTCP, dan kalsium oksida titanium ($\text{Ca}_2\text{Ti}_2\text{O}_5$) (Yang et al., 2004). Analisis permukaan retak mengungkapkan tiga jenis morfologi permukaan komposit HA/Ti, seperti ditunjukkan pada Gambar 11. Agregasi granular (kalsium fosfat dan $\text{Ca}_2\text{Ti}_2\text{O}_5$), struktur berpori, dan fase kaca yang diamati dalam HA, dan α -TCP dan TTCP hadir dalam komposit. Morfologi ini disebabkan oleh titik leleh yang tidak sama dari dua bahan serta perpaduan antara HA dan Ti cair.

6.4. Lingkungan Nitrogen

Fabrikasi sistem HA/Ti dalam lingkungan nitrogen telah dilaporkan oleh beberapa peneliti. Gambar 12 menunjukkan bahwa pada 1000 °C, hanya sejumlah kecil $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ($\alpha\text{-TCP}$), dan $\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$ ditemukan. Tahap dekomposisi komposit Ti/HA meningkat dengan peningkatan suhu sintering, dan tidak ada reaksi terjadi antara HA dan titanium. Degradasi TCP dalam komposit HA/Ti lebih cepat dari HA, hal ini dapat mempromosikan jaringan baru dan mengarah ke sifat mekanik implan yang stabil untuk pertumbuhan jaringan.

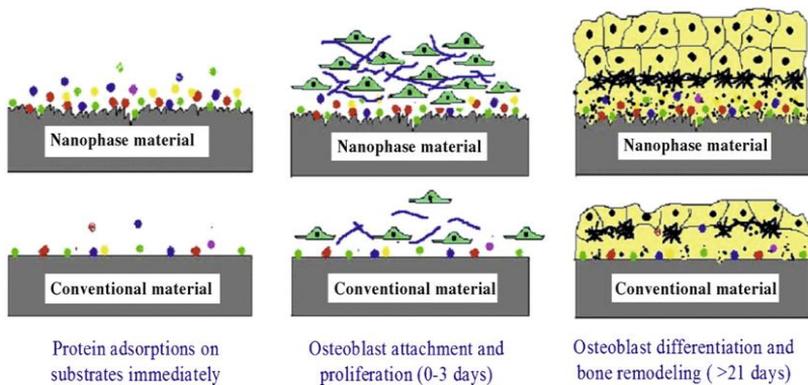


Gambar 12. hasil XRD dari HA-20vol% Ti dalam lingkungan nitrogen untuk 60 menit pada (a) 1000 dan (b) 1100 ° C

7. STRUKTUR NANO DARI SISTEM HATI

Nanomaterial telah dikenal sebagai kandidat potensial yang besar pada material untuk aplikasi implan. Webster *et al.*, melaporkan bahan struktur nano (ukuran butir kurang dari 100 nm) memiliki kemampuan untuk meningkatkan fungsi adhesi osteoblas yang mendukung tahap berikutnya pada pertumbuhan jaringan (Webster, 2000), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 13. Topografi skala nano memainkan peran penting untuk meningkatkan aktivitas sel yang

mendorong pertumbuhan jaringan lebih cepat dibandingkan pada bahan konvensional. Fabrikasi komposit HA/Ti nano memiliki keunggulan dalam meningkatkan konsolidasi antara Ti dan HA seperti nilai kekerasan, *modulus Young* dan ketahanan korosi. Kombinasi paduan mekanik dan proses metalurgi bubuk telah diusulkan dalam fabrikasi struktur nano HA/Ti .



Gambar 13. Bahan Nanophase lebih mempromosikan adsorpsi protein dan mendorong lebih banyak pembentukan tulang baru dari bahan konvensional (Webster, 2000).

8. PENGUJIAN *IN VITRO* DAN *IN VIVO*

Pengujian sifat biologis merupakan sesuatu hal yang penting dalam pembuatan bahan implan (Thian *et al.*, 2005), tes ini menentukan kesesuaian dari bahan implan. Pengujian *in vivo* dan *in vitro* secara luas

digunakan untuk evaluasi biologis. *In vivo* atau "dalam organisme hidup" tes dilakukan di dalam tubuh organisme hidup, dan *in vitro* atau "di kaca" pengujian dilakukan di peralatan laboratorium. Biokompatibilitas material yang diuji *in vitro* dengan dilakukan dengan merendam spesimen selama beberapa minggu dalam simulasi cairan tubuh yang kondisinya mirip dengan yang di plasma darah manusia. Thian *et al.* melaporkan bahwa komposit HA/Ti mempromosikan nukleasi apatit. Pada fase sekunder, Ti₂O membantu menghasilkan apatit pada permukaan komposit (Thian et al., 2005).

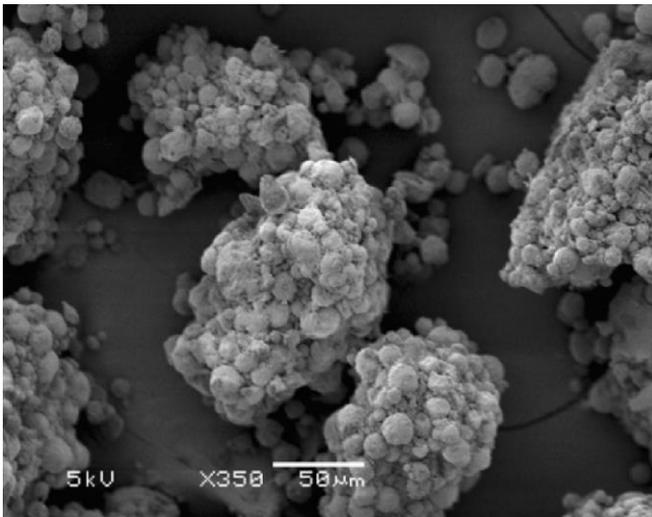
Pengujian *in vivo* komposit HA/Ti telah dilakukan oleh Chu et al. menggunakan kelinci putih Selandia Baru (Chu et al., 2006). Pengujian *in vivo* ini menunjukkan bahwa komposit HA/Ti memiliki biokompatibilitas yang sangat baik yang memungkinkan untuk terintegrasi dengan tulang, yang dapat meningkatkan osteointegration dan ikatan yang kuat seiring dengan waktu setelah tahap awal implantasi. Komposit HA/Ti juga menghasilkan ikatan antarmuka tulang dengan tulang melalui lapisan apatit. Nilai bioaktivitas komposit HA/Ti ditentukan dengan meningkatkan kandungan titanium dalam sistem HA/Ti.

9. METALURGI SERBUK

Metalurgi serbuk adalah metode manufaktur, di mana logam bubuk yang dikompresi dengan atau tanpa bahan lain, dan kemudian dipanaskan tanpa tahap peleburan untuk pemadatan dan penguatan. Metalurgi serbuk menghasilkan mikrostruktur yang sangat baik. Beberapa metode telah diusulkan untuk menghasilkan komposit HA/Ti, seperti metalurgi serbuk konvensional, non-konvensional, dan penyemprotan plasma. Metode konvensional atau "proses kompaksi dan sintering" biasanya terdiri dari pencampuran bubuk, pemadatan bubuk dalam cetakan yang diinginkan, dan sintering. Kadang-kadang, selama tahap kompaksi, suhu cetakan dinaikkan pada suhu tinggi dan diklasifikasikan sebagai kompaksi panas (*hot pressing*). Proses non-konvensional termasuk *Powder Injection Molding* (PIM) dan kompaksi *isostatic*, yang dapat dibagi lagi ke dalam proses panas dan dingin.

Untuk menghasilkan komposit HA/Ti dapat dilakukan dengan pendekatan slurry keramik dengan menerapkan PIM kompaksi isostatic dan panas/dingin. Serbuk Ti6Al4V dan HA dicampur dengan polivinil alkohol (PVA) sebagai pengikat (binder) untuk waktu tertentu (Thian et al., 2001). Untuk membuang pengikat,

bubur Ti6Al4V dipanaskan pada 450 °C di udara dan tahap konsolidasi dilakukan pada suhu yang lebih tinggi (~ 600-700 °C). Melalui metode ini, HA dapat melapisi disekitar inti titanium seperti ditunjukkan pada Gambar 14.

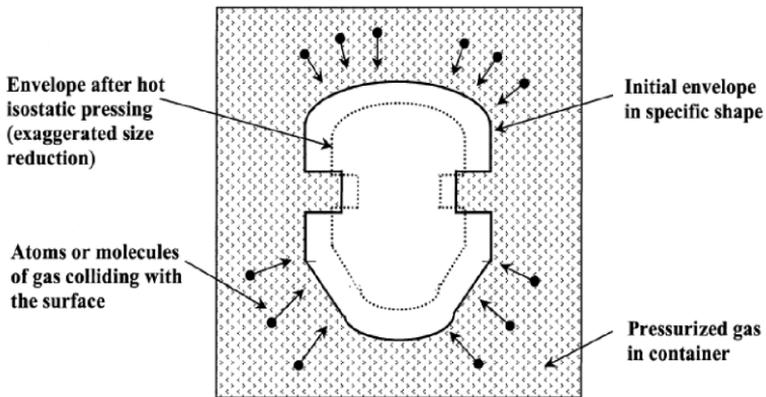


Gambar 14. Scanning mikrograf elektron serbuk komposit HA/Ti6Al4V menggunakan pendekatan keramik (Thian et al., 2001)

10. KOMPAKSI *ISOSTATIC*

Kompaksi *isostatic* adalah salah satu metode yang terkenal untuk menghasilkan produk dengan bentuk yang sangat kompleks. Tidak seperti metalurgi serbuk konvensional yang memiliki tekanan uniaksial,

kompaksi *isostatic* menggunakan cetakan fleksibel dengan tekanan hidrolik dari segala arah seperti yang ditunjukkan pada Gambar 15. Kompaksi *isostatic* dapat dibagi menjadi kompaksi *isostatic* panas dan dingin, dimana *isostatic* dingin beroperasi di suhu kamar menggunakan fluida air dan minyak sebagai tekanan. Di sisi lain, *isostatic* panas beroperasi dalam kondisi suhu tinggi.



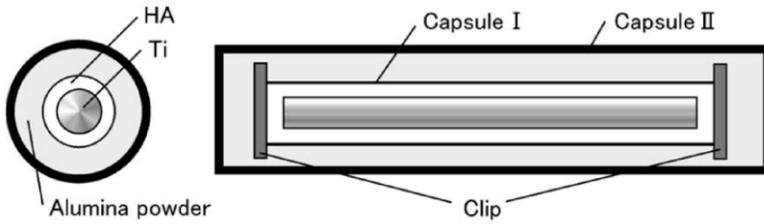
Gambar 15. Ilustrasi gerakan cetakan fleksibel dalam proses kompaksi *isostatic*

Dalam kompaksi *isostatic* panas, beberapa parameter seperti suhu sintering dan tekanan dapat dikontrol untuk menghasilkan porositas yang saling berhubungan, sifat mekanik yang baik, dan permeabilitas yang tinggi. Kompleksitas permukaan dalam dan luar produk harus dieliminasi untuk

menghindari efek negatif pada produk dengan ukuran besar.

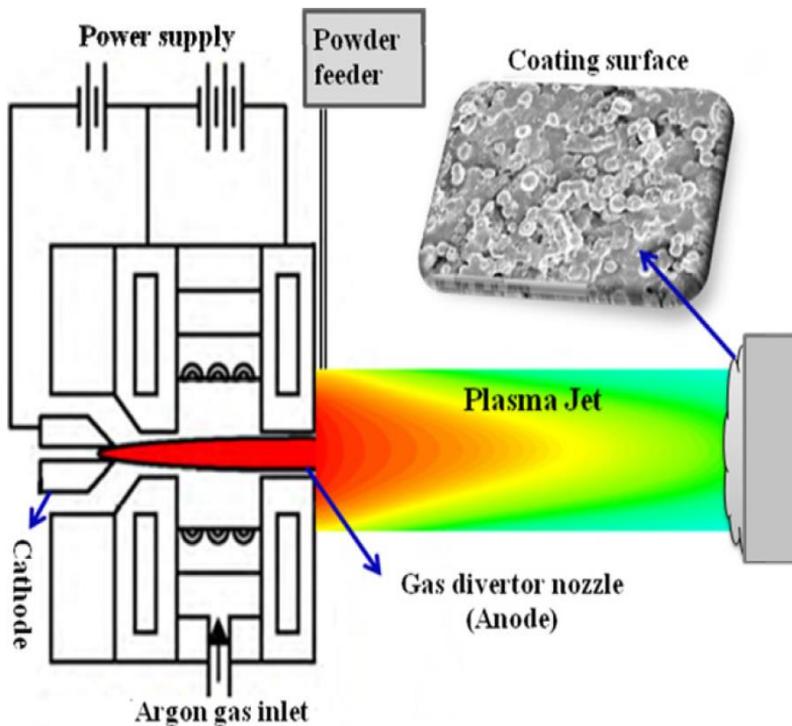
Kompaksi *isostatic* panas membutuhkan kontrol yang presisi yang diperlukan dalam setiap tahap untuk mencapai hasil yang optimal. Waktu per siklus dihitung dalam jam untuk menghasilkan komponen tertentu. Namun, siklus berjalan dapat diturunkan dengan memproduksi komponen yang banyak dalam satu *batch*. Kadang-kadang, produk memerlukan tingkat pendinginan yang tinggi untuk mengubah struktur mikro dan sifat mekanik.

Pada suhu tinggi, HA terurai ke tahap sekunder, terutama ketika metode penyemprotan plasma digunakan. Untuk menghindari masalah ini digunakan kompaksi *isostatic* panas. Untuk melapisi titanium dengan HA pada temperatur rendah, salah satu metodenya adalah dengan menggunakan kompaksi panas kapsul hidrotermal lapis ganda di bawah tekanan *isostatic* (Gambar 16) (Onoki et al., 2006). Melalui metode ini Onoki et al. melaporkan telah berhasil memproduksi produk dengan titanium dilapisi oleh HA pada temperatur 135 °C.



Gambar 16. Penampang metode kapsul hidrotermal lapis ganda kompaksi panas (Onoki et al., 2006)

11. PENYEMPROTAN PLASMA



Gambar 17. Ilustrasi proses semprot plasma (Yugeswaran et al., 2012)

Modifikasi permukaan melalui penyemprotan plasma dapat meningkatkan biokompatibilitas dan sifat mekanik dari implan logam. Metode penyemprotan plasma suatu bahan dengan bahan lain yang memiliki sifat tertentu dapat dilihat pada Gambar 17). Misalnya, HA digunakan sebagai bahan pelapis dan titanium alloy digunakan sebagai substrat. Logam implan dengan biokompatibilitas rendah biasanya dilapisi dengan bahan yang memiliki biokompatibilitas tinggi.

Integritas struktural dari ikatan antara substrat dan lapisan ditentukan oleh kesesuaian sifat kimia dan termal. Untuk menghindari ketidaksesuaian antara substrat dan lapisan, lapisan menengah digunakan antara substrat dan lapisan. Mekanisme ikatan antara HA dan titanium melalui penyemprotan plasma yang memanfaatkan CaTiO_3 sebagai lapisan ikatan lebih kuat dari mekanisme ikatan melalui mekanisme *interlocking*. HA bereaksi dengan TiO_2 pada 800-1000 °C pada permukaan Ti, di mana CaTiO_3 dan TCP terjadi sebagai fase sekunder. Lapisan komposit terbentuk dengan Ti meningkatkan kekuatan lapisan perekat ikatan. Akibatnya, Ti dan HA dapat tersebar merata di permukaan. Pengujian *in vitro* juga tidak menunjukkan penurunan bioaktivitas bahan.

Metode plasma-penyemprotan dikenal sebagai metode yang mudah dan aman untuk pelapisan HA pada paduan Ti. Namun, dalam aplikasi biomedis, terdapat beberapa masalah seperti: masalah tegangan sisa, rendahnya tingkat kristalinitas, serta rendahnya tingkat porositas, dan distribusi porositas yang tak seragam. Microporosity pada ukuran sekitar 10-300 nm disebabkan oleh penurunan sifat mekanik yang signifikan. Menggabungkan penyemprotan plasma dan kompaksi *isostatic* telah diusulkan oleh beberapa peneliti untuk mengatasi masalah ini. Hasil yang memuaskan diperoleh dalam menurunkan microporosity dan meningkatkan sifat mekanik dari bahan.

12. METAL INJEKSI MOLDING (MIM)

MIM umumnya digunakan setelah modifikasi dan inovasi pada setiap tahap PIM. MIM telah banyak digunakan untuk membuat komponen biomaterial. Pengembangan struktur komposit yang mengandung titanium paduan dan HA untuk aplikasi medis menggunakan MIM telah dipelajari secara ekstensif

(Thian et al., 2001). Serbuk komposit HA/Ti disiapkan melalui pendekatan *slurry* keramik dengan PVA sebagai pengikat. PVA dihilangkan dari komposit homogen dengan pemanasan. Serbuk ini kemudian hancur menjadi partikel-partikel kecil.

Serbuk komposit dicampur dengan *binder* sistem multi-komponen komersial yang terdiri dari lilin alami, lilin asam lemak, asam stearat, *poli-oxi-alkylen-eter*, dan *olefin-hidrokarbon*. Sebuah mixer pisau *sigma* digunakan untuk mencampur bahan baku yang terdiri dari serbuk komposit HA/Ti6Al4V dan pengikat pada suhu pencampuran 90 °C sampai homogenitas dicapai. Suhu pencampuran ditentukan oleh *Diferensial Scanning Calorimetri*. Untuk 50 wt% Ti6Al4V dan 50 wt% HA, diperoleh bahwa loading bubuk 60 vol% adalah yang paling cocok untuk menghasilkan bahan baku yang homogen dan yang mampucetak. Efek dari temperatur sintering, tingkat pemanasan, dan laju pendinginan terhadap kerapatan dan porositas dapat ditentukan. Pada suhu sintering 1100 ° C, densitas, kekerasan, kekuatan bending, dan modulus bending meningkat pada laju pemanasan 7,5 °C/menit dan laju pendinginan dari 5 °C/menit dengan kekuatan lentur dan modulus bending tinggi pada 1150 ° C.

Tabel 2. Sifat Mekanik HA/Ti komposit berdasarkan berbagai proses (Arifin et al., 2014)

Proses	sintering Temp(°C)	Komposisi	E (GPa)	HV (GPa)	σ (MPa)
Kompaksi dan sinter	1300	HA (BHA & EHA) + Ti (5-10% wt)	~ 22-30	166,4-235,44	50,47-53,29
Kompaksi Panas	1100	HA-20 vol% Ti	75,91	3,13	78,59
	1100	HA-40 vol% Ti	79,31	2,94	92,1
Semprot-Plasma	-	HA & Ti	-	384	28,6
	-	50% wt HA/50% wt Ti	~ 37	~ 310	
Metal Injection Molding	1050-1150	50% wt HA / 50 wt%	~ 22,5	~ 1,20-1,26	~ 15,9
	1050-1150	50% wt HA / 50 wt%	~ 17,7-20	-	23,5-25,8

E = modulus Young, σ = Bending kekuatan, HV = kekerasan Vickers

Beberapa metode fabrikasi komposit HA/Ti yang mendekati sifat mekanik dari tulang dan memiliki modul Young mulai dari 10 GPa 30 GPa telah diusulkan, seperti yang ditunjukkan pada (Tabel 2). Namun, biaya produksi, ukuran, dan geometri produk harus tetap dipertimbangkan.

13. RANGKUMAN

Isu dalam pengolahan material dan karakteristik metalurgi telah ditinjau dan dibahas dalam rangka memenuhi persyaratan untuk aplikasi implan medis menggunakan proses manufaktur yang ada. Komposisi titanium dan HA menentukan efektivitas sifat mekanik dan biokompatibilitas komposit HA/Ti. Selain itu,

parameter sintering merupakan faktor penting dalam menentukan fase bentuk dua bahan selama proses difusi. Terutama, temperatur sintering merupakan faktor dominan dalam pembuatan komposit HA/Ti karena sangat berpengaruh pada stabilitas termal HA. Umumnya, HA/Ti komposit menghasilkan TCP, TTCP, dan CaO di udara, dengan fase utama menjadi TiO₂ dan kalsium titanat. Pengujian *in vivo* dan *in vitro* memvalidasi kemampuan komposit HA/Ti untuk membentuk ikatan dengan jaringan alami, terutama pada tahap awal implantasi.

BAB III

KARAKTERISASI BAHAN BAKU PADA SERBUK HA/Ti₆Al₄V DENGAN BINDER STEARIN SAWIT

1. STEARIN SAWIT SEBAGAI BINDER

Kualitas bahan baku pada proses MIM memainkan peran yang sangat penting untuk menentukan hasil dari produk akhir. Beberapa faktor seperti, stabilitas, viskositas, homogenitas, perilaku indeks aliran, energi aktivasi dan tegangan geser. Hal tersebut merupakan faktor yang digunakan untuk mengevaluasi keandalan bahan baku dalam proses MIM untuk mencapai hasil yang memuaskan.

Hidroksiapatit memiliki struktur yang sama dan komposisi tulang, HA memiliki biokompatibilitas dan bioaktivitas yang sangat baik dan mendorong pertumbuhan jaringan alami. Salah satu dari kerugian dari HA adalah bahwa HA tidak dapat digunakan pada pembebanan berat. Kombinasi titanium dan hidroksiapatit merupakan bahan yang potensial dan diharapkan dapat dibuat dalam aplikasi biomedis. Paduan titanium memberikan kekuatan dari sifat mekanik dan dan *inert*.

Stearin sawit adalah fraksi padat dari minyak sawit yang dihasilkan oleh kristalisasi parsial pada suhu yang dikendalikan. Seperti minyak sawit mentah, *stearin* sawit mengandung *karotenoid* serta memiliki asam lemak yang umum terdapat dalam binder komersial.

Beberapa peneliti telah menggunakan *stearin* sawit sebagai komponen sistem pengikat (German et al., 1997; Niinomi, 2008). Sebagai pengikat alami, ramah lingkungan dan memiliki kemampuan seperti ketika proses injeksi pelumas dan surfaktan. Keuntungan lain adalah *stearin* sawit memberikan pori-pori kapiler untuk menghapus berat pengikat molekul sebelum sintering. Karakteristik sistem *binder* yang ideal untuk MIM dapat dilihat pada Tabel 3.

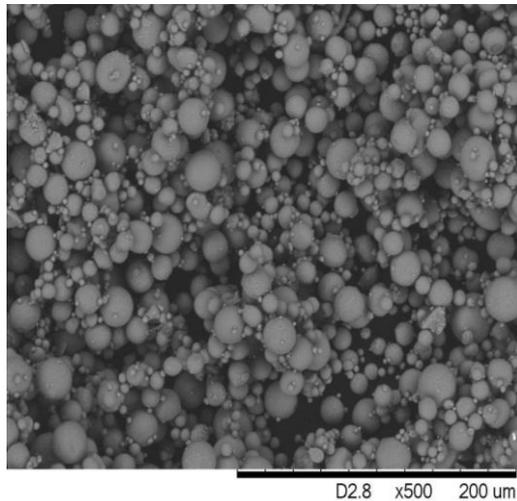
Tabel 3. Karakteristik sistem *binder* yang ideal untuk MIM

Karakteristik yang diinginkan	
Interaksi Serbuk	Sudut kontak rendah Adhesi yang baik dengan serbuk Tarikan kapiler partikel Secara kimia pasif terhadap serbuk
Karakteristik aliran	Viskositas rendah pada suhu molding

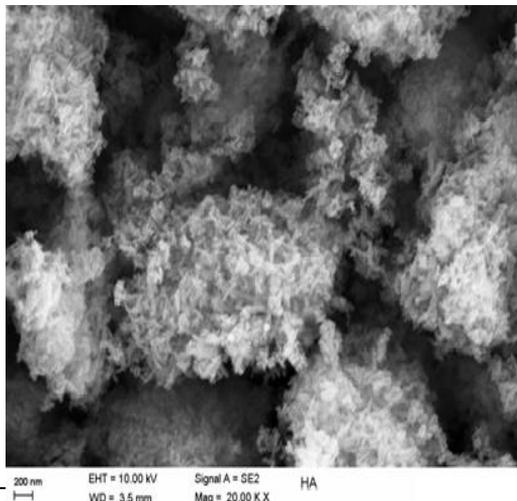
	<p>Perubahan viskositas rendah selama molding</p> <p>Peningkatan viskositas pada pendinginan</p> <p>Molekul yang kecil untuk masuk antara partikel</p>
Debinding	<p>Degradasi suhu diatas atas suhu molding dan pencampuran</p> <p>Beberapa komponen dengan dekomposisi progresif</p> <p>Suhu dan variabel sifat kandungan karbon sisa rendah setelah terbakar</p> <p>Non-korosif dan tidak beracun setelah terbakar</p>
Manufaktur	<p>Mudah diperoleh dan murah</p> <p>Memiliki umur yang panjang selama penyimpanan</p> <p>Aman dan ramah lingkungan</p> <p>Tidak terdegradasi akibat pemanasan siklik</p> <p>Kekuatan dan kekakuan yang tinggi</p> <p>Koefisien ekspansi termal rendah</p> <p>Larut dalam pelarut umum</p>

Pelumasan tinggi

Serbuk titanium yang digunakan adalah jenis Ti6Al4V dengan bentuk bulat dan ukuran partikel 25 μm dan serbuk HA dengan ukuran partikel 5 μm , seperti yang ditunjukkan Gambar 18.



(a)



(b)

Gambar 18. Mikrograf scanning elektron dari (a) Ti6Al4V dan (b) serbuk hidroksiapatit

Sistem pengikat untuk kedua bubuk tersebut adalah *stearin* sawit dan *polyethylene* dengan komposisi 60% berat dan 40%. Suhu leleh *binder* diperiksa dengan Differential Scanning Calorimetri (DSC). Temperatur pencampuran (*compounding*) harus lebih tinggi dari suhu leleh *binder*. Sebelum tahap pencampuran Ti6Al4V dan HA dilakukan dilakukan tahapan pra-pencampuran menggunakan *Winkworth* pisau *sigma* selama satu jam, sementara tahap pencampuran serbuk dan pengikat dilakukan di *Brabender* dengan suhu pencampuran 150°C dan kecepatan pengadukan 30 rpm. Menurut Jerman, serbuk loading optimal dalam kisaran 2 vol% -5% vol sebelum pemuatan padatan kritis (*critical solid loading*) (German et al., 1997).

Suhu berperan penting untuk menentukan viskositas bahan baku pada powder injection molding. Viskositas bahan baku harus memiliki nilai di bawah 1000 Pa.s untuk mendapatkan hasil yang optimal dalam powder injection molding. Karakterisasi bahan baku diperlukan untuk mengetahui kisaran yang cocok dalam proses injeksi. *Binder* adalah komponen penting dari

bahan baku yang diperlukan menjaga bentuk setelah tahap injeksi.

2. SIFAT REOLOGI

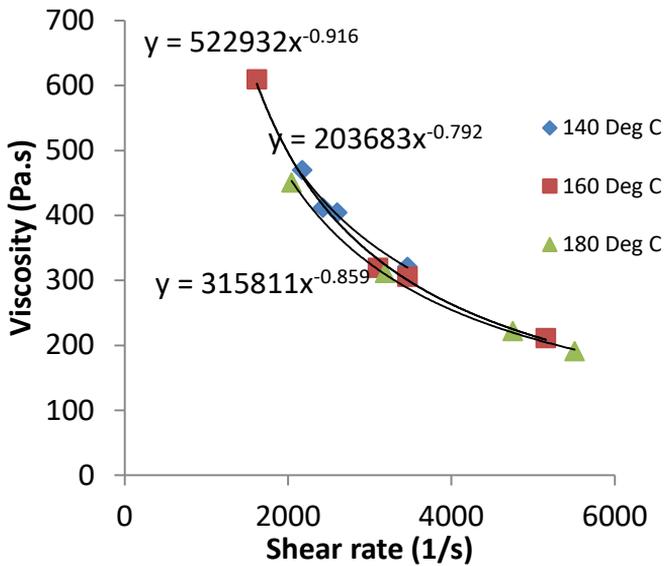
Komposisi sistem *binder* dan karakteristik serbuk memainkan peran penting untuk menentukan karakteristik perilaku bahan baku. Bahan baku untuk aplikasi molding injection harus dalam kondisi *pseudoplastic* meskipun dalam kondisi dilatants kasus lain adalah suntik.

Degradasi suhu pengikat dan aliran *pseudoplastic* bahan baku merupakan faktor masukan yang dipertimbangkan dalam menentukan suhu yang sesuai untuk *injection molding*. Aliran *pseudoplastic* adalah suatu kondisi dimana penurunan viskositas bahan baku dengan meningkatnya nilai laju geser. Kondisi *pseudoplastic* dicapai jika nilai viskositas kurang dari 1000 Pa.s dan memiliki rentang laju geser antara 100 dan 10000 (1/s). Secara umum, viskositas(η) dan laju geser $\dot{\gamma}$ dapat dijelaskan dengan menggunakan persamaan (1), n adalah indeks perilaku aliran yang ditentukan berdasarkan kemiringan ($n-1$). Persamaan

(1) digunakan untuk menganalisis perilaku bahan baku di mana n , η dan K sebagai indeks perilaku aliran, viskositas dan konstanta.

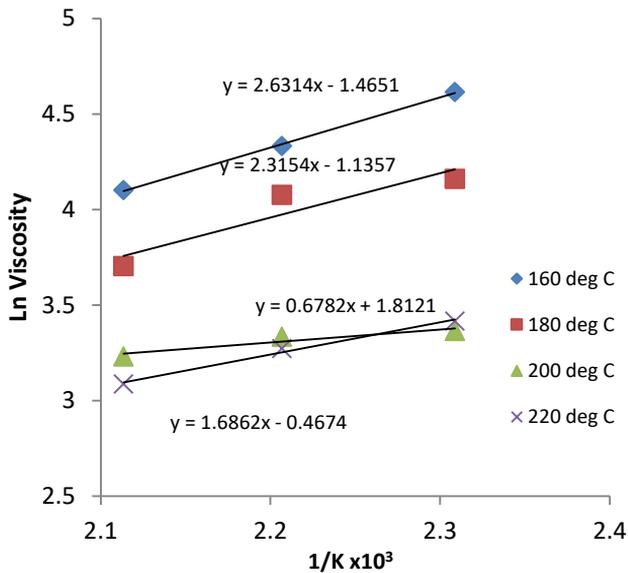
$$H = K\gamma^{n-1} \quad (1)$$

Bahan baku dengan perilaku *pseudoplastic* memiliki nilai n kurang dari 1 sementara bahan baku dengan $n = 1$ disebut *Newtonian*. Dalam penelitian ini nilai eksponen n di kisaran 0,09 ~ 0.21 yang menunjukkan bahwa bahan baku memiliki perilaku *pseudoplastic*. Berdasarkan Gambar 14, Nilai indeks perilaku aliran untuk 140°C, 160°C, dan 180 °C adalah 0,21, 0,09, dan 0,15. Pengukuran viskositas dan laju geser adalah 100-600 MPa dan 1000-6000 S⁻¹ sementara rentang injeksi dari bahan baku untuk MIM di kisaran 10² ~ 10⁵ s⁻¹ untuk laju geser dan di bawah 10³ Pa.S untuk viskositas.



Gambar 19. Tingkat Viskositas dan shear berbagai suhu dengan loading serbuk 67%.

Berdasarkan Gambar 19, semua bahan baku dalam berbagai parameter pada dasarnya *pseudoplastic*. Nilai "n" terbesar dicapai bahan baku di bawah suhu 200°C. Bahan baku di bawah suhu 160°C dianggap memiliki *pseudoplastic* lebih besar berdasarkan nilai "n" dibandingkan dengan bahan baku lainnya. Bahan baku dengan "n" yang lebih kecil memiliki stabilitas rheologi lebih baik dan memiliki sifat *pseudoplastic* yang lebih tinggi.



Gambar 20. Grafik Suhu-Viskositas

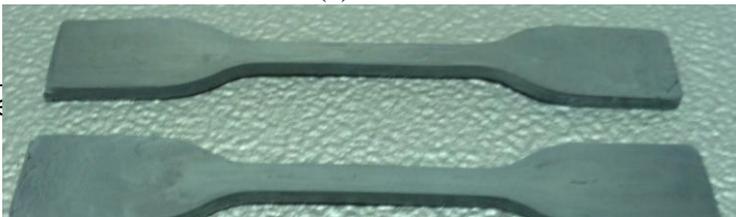
Berdasarkan Gambar 20, viskositas bahan baku sensitif dengan meningkatnya suhu, pada suhu 160°C, 180 °C dan 200 °C terjadi peningkatan viskositas secara signifikan. Namun, pada suhu 220 °C tidak ada terlalu banyak perubahan viskositas pada bahan baku. Hal ini karena *stearin* sawit telah sepenuhnya meleleh. Energi aktivasi terkecil (E) dari bahan baku dicapai pada suhu 200°C seperti yang ditunjukkan pada nilai gradien pada Gambar. 15. Hubungan viskositas, suhu dan energi aktivasi umumnya digambarkan pada persamaan *Arrhenius*.

Sifat bahan baku dengan nilai " n " rendah memiliki stabilitas rheologi dan sifat *pseudoplastic* yang lebih baik. Oleh karena itu, bahan baku ideal untuk MIM memerlukan energi aktivasi (E) rendah dan nilai " n " rendah. Namun, sulit untuk mencapai kondisi tersebut dengan indeks perilaku aliran (n) dan energi aktivasi (E) rendah dalam waktu yang sama. Persamaan *Weir* tentang *moldability* umumnya digunakan sebagai acuan untuk pemilihan bahan baku. Parameter yang berpengaruh terhadap kualitas pada proses injeksi molding seperti; Tekanan injeksi, temperatur injeksi, temperatur cetakan dan waktu tahan.

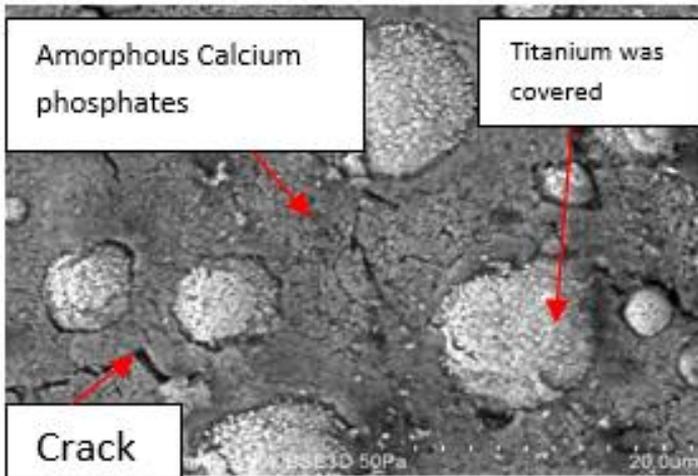
3. KARAKTERISTIK DEBINDING



(a)



(b)



(c)

Gambar 21. (a) sebelum debinding, (b) setelah debinding dan (c) SEM spesimen sinter

Bahan baku komposit Ti/HA telah berhasil diinjeksikan pada tekanan 5 bar, temperatur cetakan 150 dan suhu leleh 100°C seperti yang ditunjukkan pada Gambar 21 (a). *stearin* sawit dan *polyethylene* telah hilang oleh debinding termal yang terdiri dari dua tahap suhu penahanan, 320°C dan 500°C. Tahap pertama untuk menghilangkan *stearin* sawit yang memiliki temperatur dekomposisi lebih rendah dari *polyethylene*.

Laju pemanasan 3°C / min dan 5°C / min digunakan untuk membuang *Stearin* sawit dan *polyethylene*. Waktu tahan untuk setiap tahap adalah 1,5 jam. Tingkat pemanasan yang rendah diperlukan pada tahap awal untuk membuang *stearin* sawit, tingkat pemanasan yang tinggi dihindari karena mengakibatkan retakan pada spesimen karena pembakaran gas produk melalui pori-pori kecil. Gambar 21 (b) menunjukkan spesimen setelah debinding, Umumnya setelah proses debinding, *green specimen* cenderung rapuh karena sebagian besar bahan pengikat telah hilang.

4. RANGKUMAN

Sistem *binding stearin* sawit dan *polyethylene* telah berhasil digunakan sebagai pengikat dalam serbuk titanium dan HA. Sistem pengikat telah berhasil membangun ikatan antara partikel dan juga menjaga bentuk *green body*. Viskositas bahan baku menunjukkan perilaku *pseudoplastic* di kisaran 10 -1000 Pa.s dan laju geser di kisaran 10^2 s^{-1} - 10^5 s^{-1} pada berbagai suhu (Arifin et al., 2014).

BAB IV

FABRIKASI KOMPOSIT HA/TI₆AL₄V MENGUNAKAN METODA MIM

1. MIM KOMPOSIT HA/TI₆AL₄V

Metal injection molding (MIM) adalah kombinasi dari *plastic injection molding* dan metalurgi serbuk. MIM cocok untuk fabrikasi produk yang sangat kompleks dalam produksi massal. Umumnya, dalam proses MIM terdiri dari empat tahap, pencampuran, injeksi, *debinding* dan sintering.

Metode metalurgi serbuk telah menjadi pilihan utama untuk menghasilkan HA/Ti komposit. Namun, beberapa hasil penelitian menunjukkan sifat mekaniknya tidak memenuhi sifat mekanik tulang manusia seperti *modulus Young*, serta ukuran dan jenis pori. Fabrikasi komposit HA/Ti menggunakan MIM cukup langka dilakukan. Tian et al telah melakukan untuk menghasilkan komposit HA/Ti menggunakan metode PIM (Tian et al., 2001), dimana terdapat beberapa retakan dan kekosongan. Retak awal di hasil sinter dimulai dari partikel titanium. Fenomena ini

diyakini karena perbedaan ekspansi termal yang memicu tegangan sisa pada komposit.

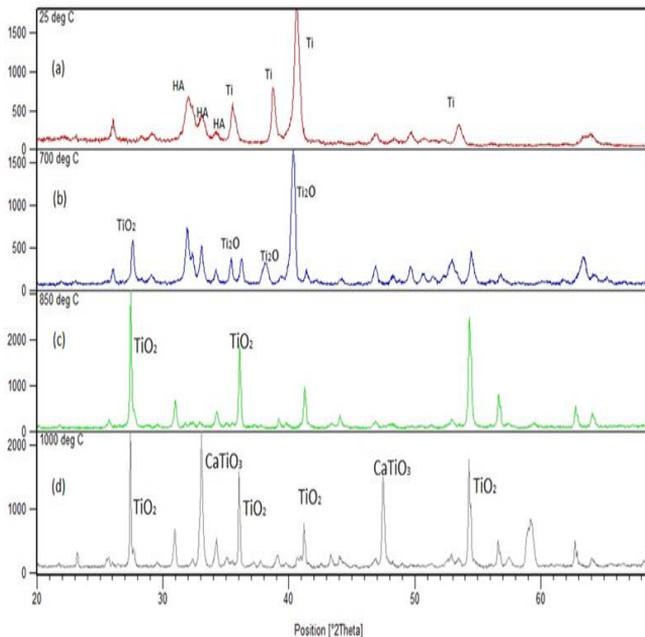
2. INJECTIONMOULDING

Proses injection dilakukan di mesin cetak injeksi (DSM **Xplore Injection Molding**). Bahan baku yang digunakan adalah paduan titanium (Ti6Al4V) dengan ukuran partikel rata-rata 19,6 μm dan hidroksiapatit non-kalsinasi dengan ukuran partikel rata-rata 5 μm yang digunakan dalam penelitian ini. Campuran bubuk dan pengikat untuk persiapan bahan baku dengan *loading* serbuk 78,21% vol.

Bahan baku disuntikkan ke dalam cetakan stainless steel bentuk uji tarik dengan ketebalan 2 mm, lebar 4 mm dan panjang di 75 mm. Parameter prosesnya adalah 160°C, 100°C dan 10 bar untuk suhu leleh, suhu cetakan dan tekanan injeksi.

Pembuangan pengikat dilakukan oleh debinding termal di dalam aliran argon dan sintering dalam kondisi vakum. Debinding termal dilakukan di 2 tahap: 3°C/menit sampai 320°C selama 1 jam dan 5 °C / menit sampai 500°C selama 1 jam.

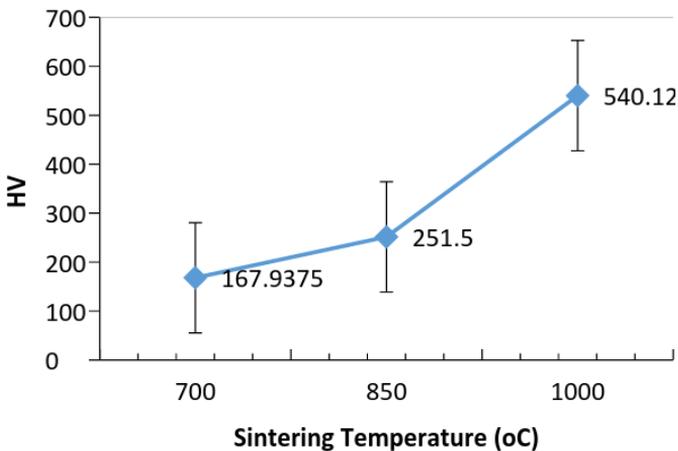
3. FABRIKASI KOMPOSIT 50%WT HA /50%WT Ti6Al4V



Gambar 22. analisis XRD Ti6Al4V dan HA di; (a) campuran bubuk tanpa sinteing, (b) 700 °C, (c) 850 °C, (d) 1000 °C.

Pola XRD campuran 50%wt HA /50%wt Ti6Al4V pada sudut berkisar 20- 70 di bawah suhu sinteing yang berbeda ditunjukkan pada Gambar 22. Pada sinteing suhu 700°C, puncak utama dari Titanium di 2θ 40,6° tidak muncul. Di sisi lain, pola XRD menunjukkan karakteristik puncak Ti₂O di 2θ 40,3°. Selain itu, puncak TiO₂ pada 2θ 27,6° ditemukan dalam pola ini sebagai

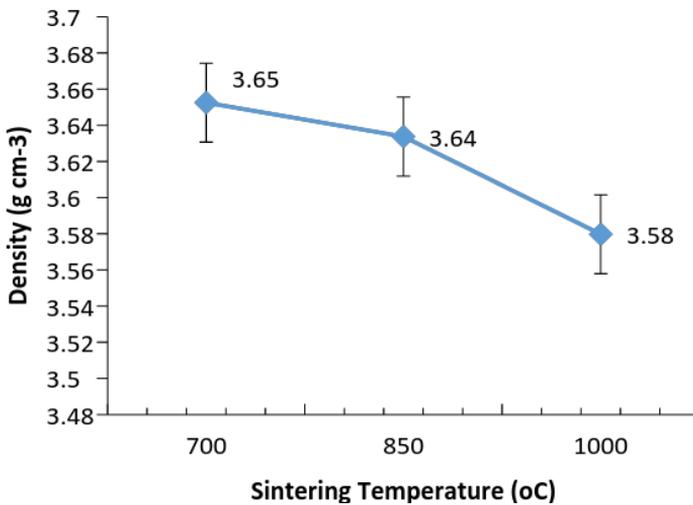
indikasi oksidasi Titanium. Meningkatnya intensitas puncak TiO_2 sebagai indikasi proses oksidasi titanium ditemukan di suhu sintering 850°C . Namun, refleksi dari Ti_2O tidak muncul dalam temperatur ini sebagai petunjuk bahwa TiO_2 hampir sepenuhnya teroksidasi. Sedangkan pada suhu sintering 1000°C , pola XRD dari HA menghilang. Namun, pola yang muncul dari Kalsium Titanat (CaTiO_3) yang disebabkan reaksi antara HA dan TiO_2 .



Gambar 23. Kekerasan spesimen disinter pada 700°C , 850°C dan 1000°C

Gambar 23 menunjukkan kekerasan permukaan sampel yang diperoleh dari uji kekerasan Vickers. Kekerasan spesimen cenderung meningkat 221,6% dari suhu sintering 700°C sampai 1000°C . Pembentukan fase TiO_2 telah memainkan peranan penting untuk

meningkatkan nilai kekerasan permukaan pada 700 °C – 850 °C. Pada suhu 850 °C sampai 1000 °C, nilai kekerasan meningkat secara signifikan. Hal ini karena peningkatan intensitas fase TiO₂. Selain itu, reaksi antara TiO₂ dan HA menghasilkan CaTiO₃ pada suhu yang lebih tinggi.



Gambar 24. Densitas spesimen disinter pada 700, 850 dan 1000 °C

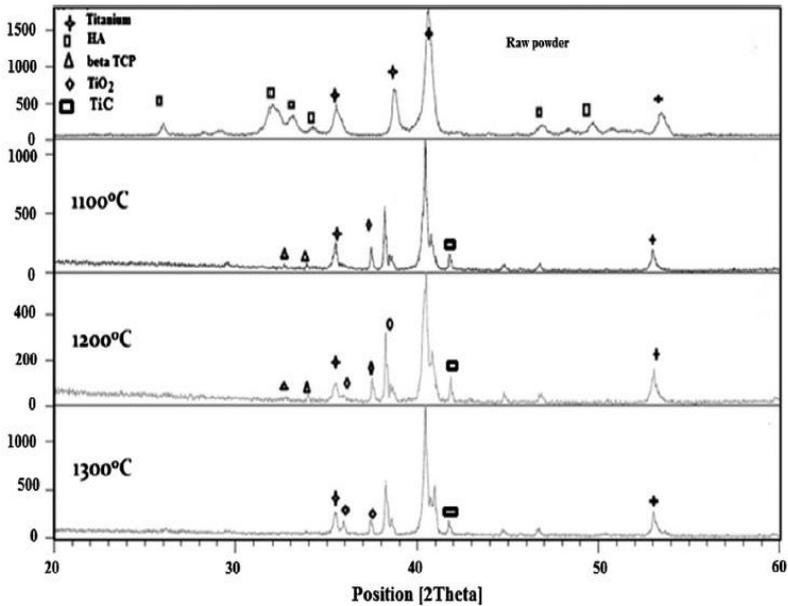
Densitas teoritis campuran serbuk HA 3,8 gr/cm³. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 24, Densitas maksimum diperoleh pada 700 °C (96% dari Densitas teoritis). Kepadatan menurun 1,9% dari 700 °C sampai 1000 °C. Di udara, HA mulai mengalami dehidroksilasi di 900 °C. Keberadaan Ti, akan mempercepat dehidroksilasi dan dekomposisi HA. Tingkat penurunan

densitas dari 700 °C sampai 850 °C tidak signifikan karena adsorpsi udara. Namun, dari 850 °C sampai 1000 °C, densitas komposit HA menurun secara signifikan karena dehidroksilasi dan dekomposisi.

4. FABRIKASI KOMPOSIT 10%WT HA /90%WT Ti6Al4V

Gambar 25. menunjukkan pola XRD untuk campuran serbuk bahan baku dan komposit disinter pada 1100, 1200, dan 1300 °C. Serbuk bahan baku adalah bubuk kontrol yang terdiri serbuk HA dan titanium. Pola XRD menunjukkan kombinasi spektrum HA (JCPDS 00-009-0432) dan titanium (JCPDS 00-001-1198). Beberapa fasa yang diamati di hasil sinter adalah TiO (JCPDS 00-012-0754), TiC (JSPDS 00-032-1383 kartu), dan b-TCP (JSPDS 00-009-0169). Di semua suhu sintering, pola XRD dari sampel HA/Ti6Al4V tidak menunjukkan puncak utama HA, yang menunjukkan bahwa HA telah mengalami dekomposisi. Selain itu, di setiap suhu sintering, terdapat fase titanium oksida yang diamati, yang dihasilkan dari interaksi Ti dengan ion O dari HA. Formasi fase ini adalah fase umum interaksi

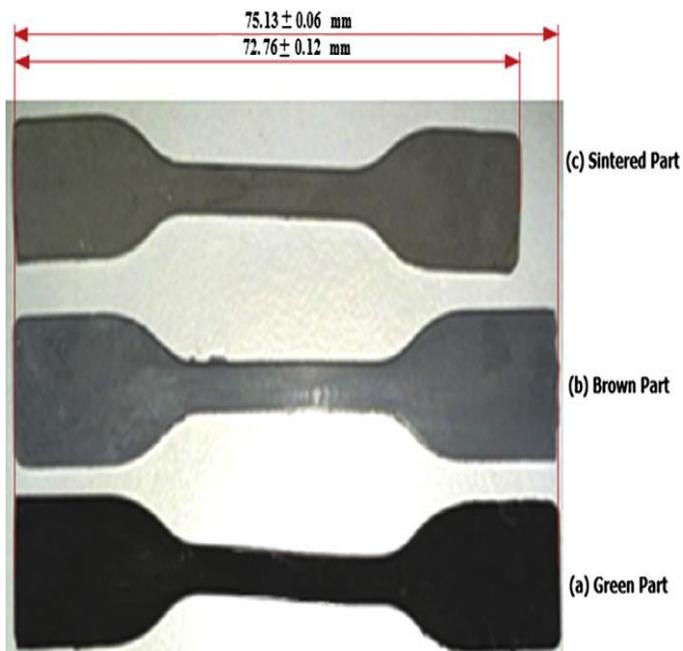
antara HA dan Ti. HA mengalami dekomposisi bertahap terutama pada suhu sintering 1300 °C.



Gambar 25. Pola XRD untuk campuran bubuk bahan baku dan komposit disinter pada 1100, 1200, dan 1300 °C

Gambar 26. Menunjukkan penyusutan spesimen, penyusutan terbesar terjadi pada hasil sinter sementara pada brown penyusutan tidak terlalu besar. Susut yang terjadi pada sinter di kisaran 1,86% ~ 3,16% dibandingkan green. Pada suhu sintering 1300 °C penyusutan lebih besar sedangkan penyusutan lebih rendah terjadi pada 1100°C (Gambar 27). Dekomposisi

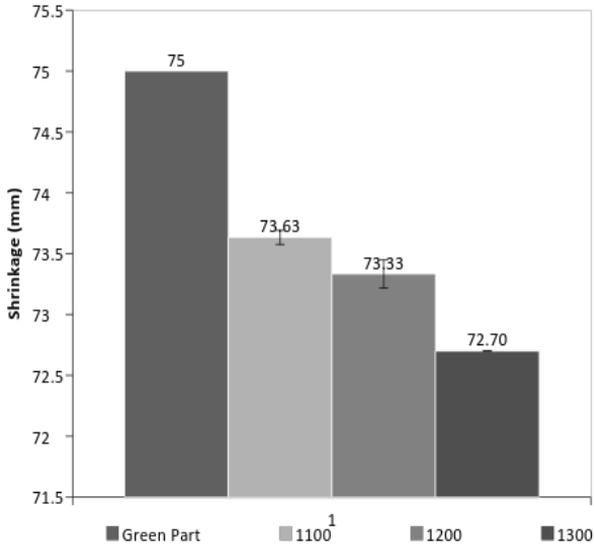
HA pada suhu tinggi dan pemanfaatan vakum tinggi diyakini memberikan kontribusi untuk terjadi perbedaan susut pada berbagai suhu sintering. Penyusutan pada sampel green, brown dan sintered dapat dilihat pada Tabel 4.



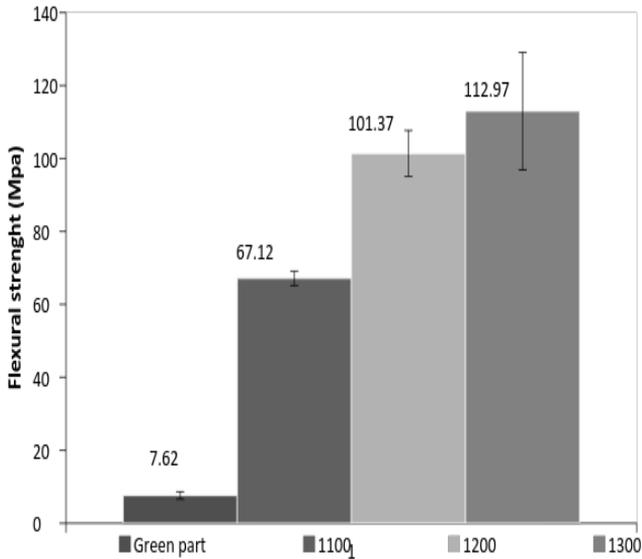
Gambar 26. Spesimen green, brown dan sinter

Tabel 4. Penyusutan sampel

Sampel	Lebar	Panjang	Ketebalan
Green (mm)	4.07 ± 0.03	2.11 ± 0.05	75.13 ± 0.06
Brown (mm)	4.04 ± 0.02	2.04 ± 0.02	75.12 ± 0.03
Sintered (mm)	3.99 ± 0.01	2.00 ± 0.01	72.76 ± 0.12

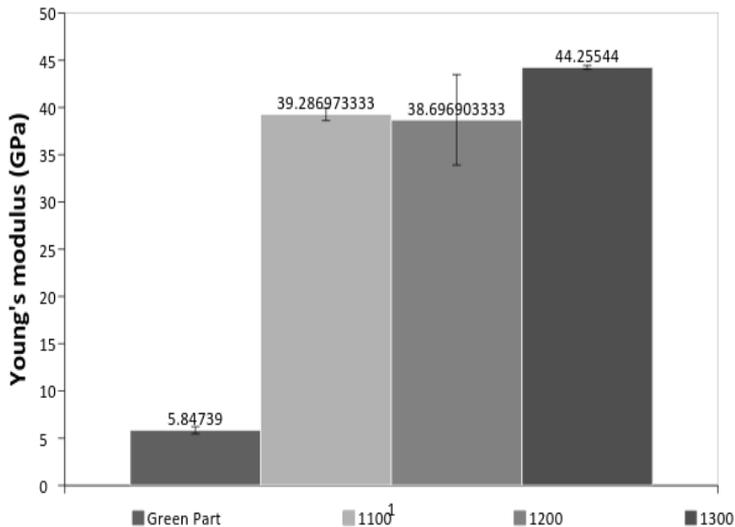


Gambar 27. Penyusutan HA / Ti6Al4V pada berbagai suhu sintering



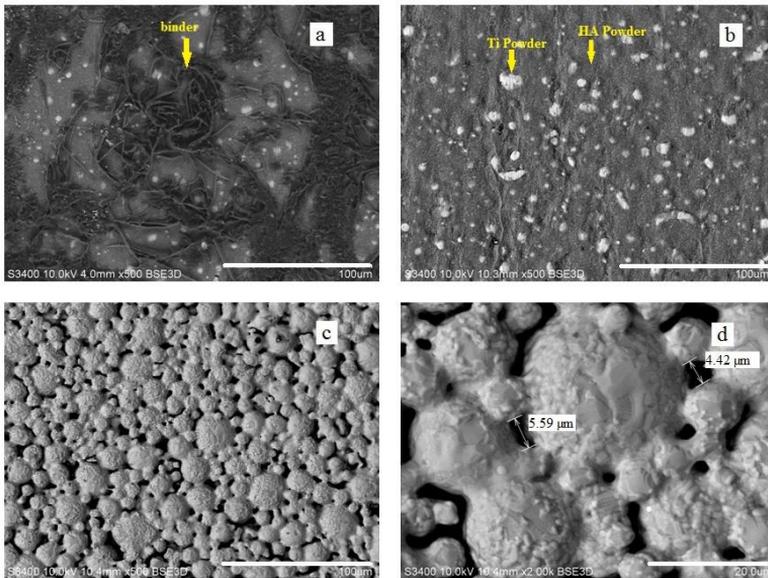
Gambar 28. Kekuatan lentur dari HA/Ti komposit dalam berbagai suhu sintering

Gambar 28 menunjukkan efek suhu sintering pada kekuatan lentur HA/Ti komposit. Seperti dapat dilihat, kekuatan cenderung meningkat dengan suhu sintering di kisaran 67,12 ~ 112,97 MPa. Kekuatan maksimum dicapai pada suhu sintering lebih tinggi; hal itu terjadi karena difusi tingkat ion lebih cepat pada suhu yang lebih rendah yang mendorong difusi antara partikel.



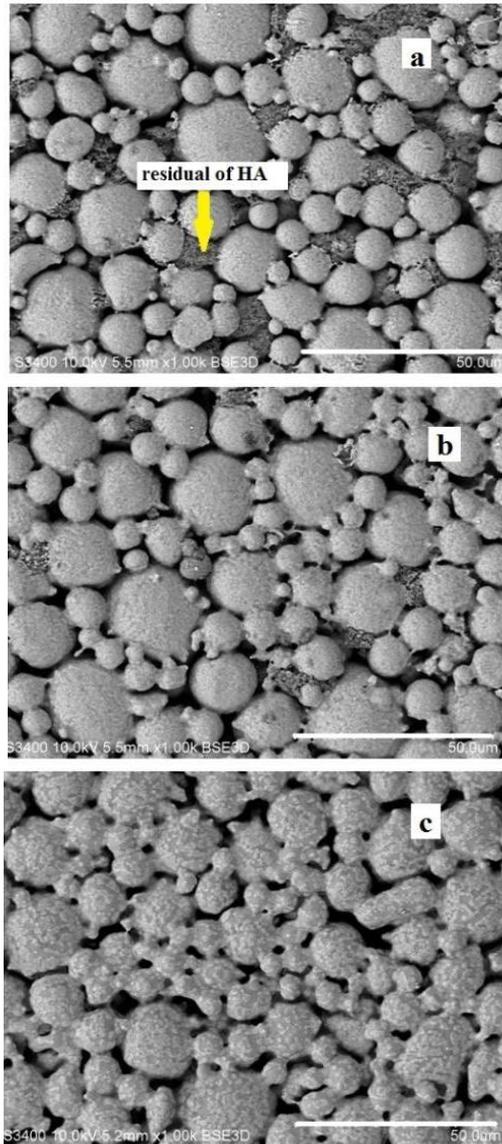
Gambar 29. Modulus Young komposit HA/Ti 1200 °C pada berbagai sintering suhu

Modulus Young adalah salah satu kriteria untuk implan dimana tulang manusia memiliki nilai di kisaran 10 ~ 30 GPa tergantung pada posisi tulang. Gambar 29 menunjukkan *modulus Young* dari HA/Ti6Al4V di berbagai suhu sintering, pada suhu sintering 1100 °C dan 1200 °C *modulus Young* cenderung stabil. Peningkatan *modulus Young* setelah suhu sintering 1300°C, yang diyakini karena efek dekomposisi HA.



Gambar 30. SEM mikrograf menunjukkan perubahan mikrostruktur selama pemrosesan. (a) sampel injeksi, (b) sampel debound, (c) sampel disinter pada 1200 °C dan (d) perbesaran sampel disinter 2000 X

Gambar 30. menunjukkan mikrograf permukaan sampel pada tahap yang berbeda dalam *injection molding*. Sistem pengikat mengisi kekosongan antara partikel dan menutupi permukaan spesimen (1a). sistem pengikat tidak hanya sebagai pengikat tetapi juga sebagai pelumas untuk mengeluarkan spesimen dari cetakan serta surfaktan. Sistem pengikat berhasil dihilangkan menggunakan termal *debinding* seperti yang ditunjukkan pada (1b), tahap pertama digunakan untuk menghilangkan *stearin* sawit dan tahap kedua untuk menghilangkan *polyethylene*.



Gambar 31. Permukaan morfologi sampel sinter dalam berbagai suhu sintering (a) 1100 °C, (b) 1200 °C dan (c) 1300 °C dengan waktu penahanan 2 jam.

Dekomposisi HA terjadi menjadi fase sekunder dan cenderung menutupi partikel titanium (1c). Kehadiran HA telah mencegah difusi partikel titanium dan tahan bentuk partikel titanium. Di daerah dengan konsentrasi HA rendah, partikel titanium berhasil membentuk leher (*necking*) untuk difusi. Dekomposisi HA telah meninggalkan pori-pori pada bagian sinter seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7 (1d).

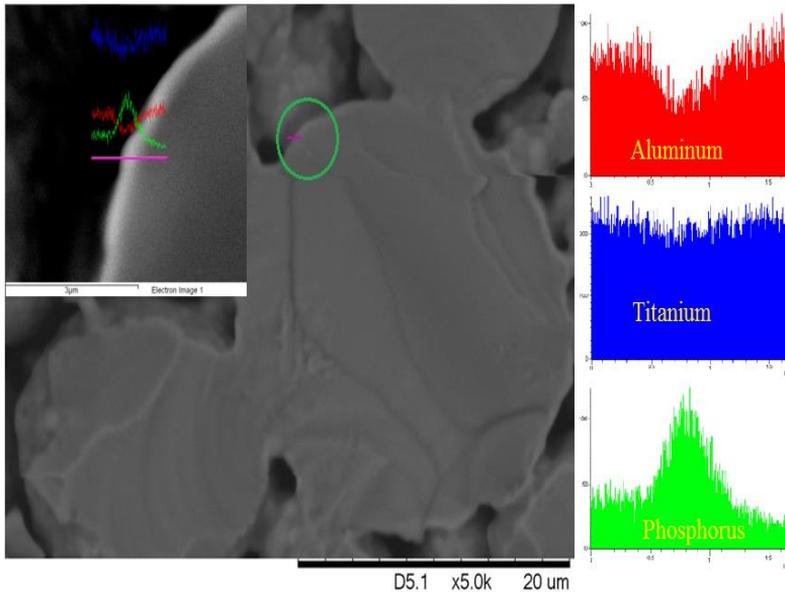
Gambar 31 menunjukkan hasil sinter pada berbagai suhu. Pada Gambar ini (a) sisa HA pada ruang antara partikel titanium lebih jauh lagi sebagian dari HA terurai dan membungkus dari partikel titanium. Kehadiran atom titanium cenderung mempercepat dehidroksilasi pada HA dan membentuk titanium oksida. Penggunaan vakum yang tinggi diyakini memberikan faktor penting untuk mendorong tingkat dehidroksilasi HA. Pembauran telah terjadi pada antarmuka dari titanium dan HA, titanium atom bermigrasi ke HA dan atom oksigen dari HA bermigrasi ke titanium. Atom oksigen sebagai terdifus interstitial ke kisi Ti sampai kondisi jenuh dan diikuti oleh oksidasi titanium. Difusi oksigen akan melambat ketika oksidasi titanium.

Gambar 32 menunjukkan analisis scan EDX garis pada penampang sinter. Scan garis dilakukan dalam arah radial dari luar ke dalam partikel titanium (garis

merah muda di lingkaran hijau). Ion fosfor terdeteksi telah menyebar ke titanium. Ion fosfor memiliki jari-jari yang lebih kecil sehingga membuatnya lebih mudah untuk bermigrasi ke titanium. Konsentrasi ion fosfor cenderung lebih tinggi pada batas butir dari partikel titanium dan menurun ketika berdifusi pada partikel titanium sebagaimana digambarkan dengan hukum pertama Fick.

$$J = -D \frac{\partial \phi}{\partial x} \quad (2)$$

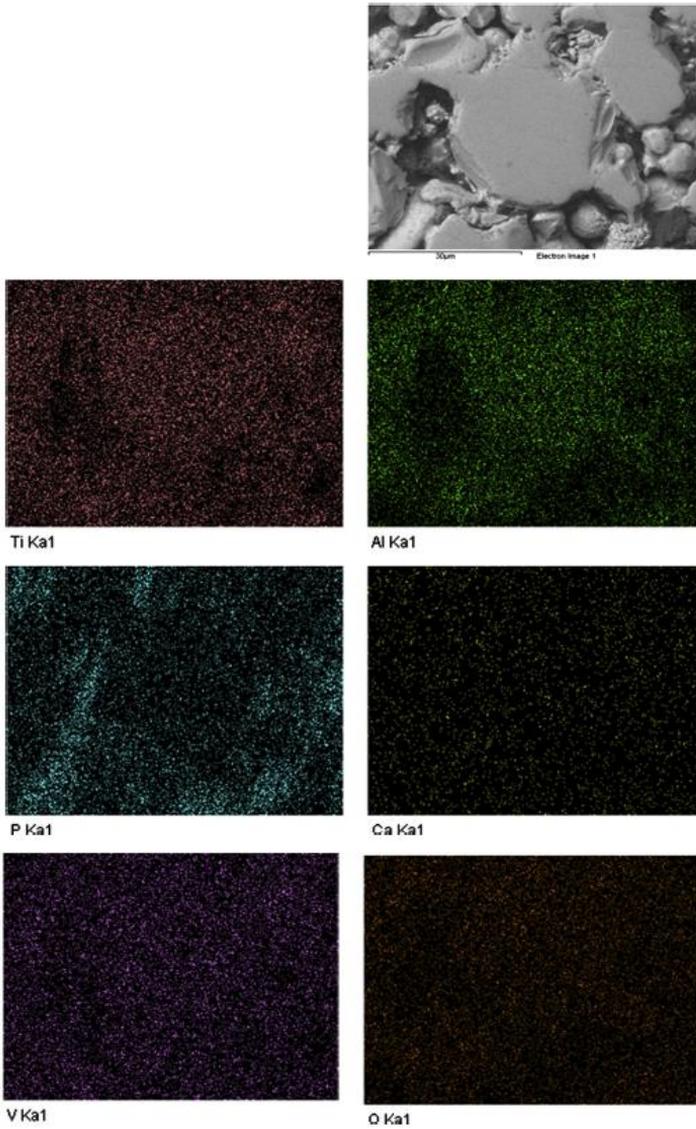
Dimana J adalah fluks difusi atau jumlah zat (mol /m².s). D adalah Koefisien difusi (m²/s), ϕ adalah konsentrasi campuran (mol /m³) dan x sebagai panjang difusi.



Gambar 32. Jalur EDX analisis scan pada daerah penampang. Pada gambar kecil garis hasil pemindaian; biru, merah dan hijau garis puncak Titanium, aluminium dan fosfor.

Gambar 33 menunjukkan penampang komposit HA / Ti6Al4V setelah grinding dan polishing. Berdasarkan hasil pemetaan EDX, konsentrasi titanium, aluminium, dan ion vanadium yang tinggi tersebar sepenuhnya dalam komposit. Rasio Ca/P adalah faktor penting dalam menentukan sifat-sifat kalsium fosfat. HA menunjukkan rasio Ca/P 1,65, yang lebih tinggi dari kalsium fosfat. Pada suhu sintering tinggi, HA tidak stabil dan terurai ke fase sekunder. Formasi fase ini adalah fase umum interaksi antara HA dan Ti. HA menjalani dekomposisi bertahap terutama pada suhu sintering

1300 °C. Sifat mekanik dari komposit HA/Ti6Al4V meningkat dengan bertambahnya temperatur sintering, namun, bioaktivitas dan biokompatibilitas masih harus dipertimbangkan.



Gambar 33. Variasi EDS mapping HA/Ti6Al4V composite pada temperature sintering 1200 °C.

6. RANGKUMAN

Studi interaksi sifat fisik dan mekanik dari struktur 50% berat Ti₆Al₄V dan 50% berat HA menunjukkan bahwa di bawah berbagai suhu sintering, oksidasi titanium telah muncul di 700 °C sebagai indikasi adanya TiO₂. Peningkatan jumlah fase TiO₂ sebagai indikasi proses oksidasi yang sedang berlangsung. Pada 1000 °C, dua fase dibentuk (yaitu, TiO₂ dan CaTiO₃). Kepadatan komposit HA/Ti₆Al₄V menurun karena dehidroksilasi dan dekomposisi HA. Kekerasan tertinggi dari komposit dicapai oleh perlakuan panas pada 1000 °C, mungkin karena TiO₂ pembentukan dan CaTiO₃ (Arifin et al., 2015a).

Secara umum, komposisi HA/Ti₆Al₄V dengan komposisi 90% berat Ti₆Al₄V dan 10% berat HA telah berhasil dibuat menggunakan MIM. Pori mikro isotropic jelas teramati pada hasil sinter karena mekanisme dekomposisi HA. Sintering dilakukan pada 1300°C dengan penyusutan maksimal 3,16% dibandingkan dengan green. Sifat mekanik terbaik dicapai dengan uji lentur dengan nilai 112,97 MPa dan 44,26 GPa. Dalam jangka keberadaan HA, tingkat dekomposisi HA cenderung meningkat dengan peningkatan suhu sintering. Studi morfologi menunjukkan bahwa fase sekunder HA diamati pada permukaan partikel titanium.

Berdasarkan analisis scan baris EDX, ion fosfor telah berhasil menyebar ke titanium (Arifin et al., 2015b).

BAB V

BIOAKTIVITAS KOMPOSIT HA/TI6AL4V

1. PENGUJIAN *IN VITRO*

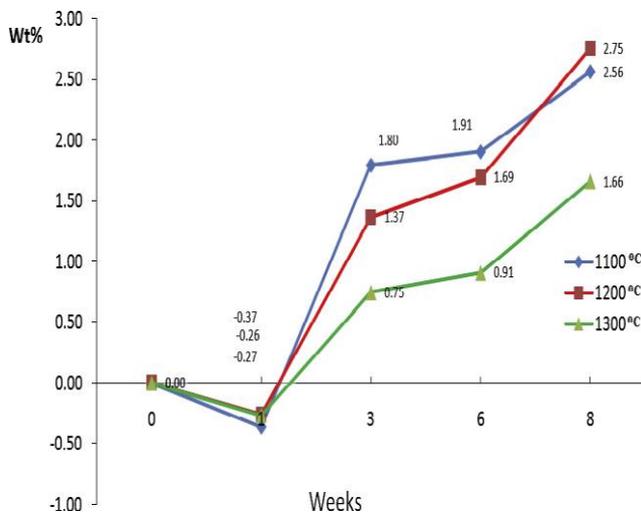
Keberhasilan dalam pengujian sifat biologis merupakan merupakan salah satu parameter penting bahan implan (Thian et al., 2005), dimana hasil pengujian ini menentukan kesesuaian dari bahan implan. Pengujian sifat biologis ini dapat dilakukan dalam dua acara yaitu secara *in vivo* dan *in vitro*. Dalam pengujian *in vivo* atau "dalam organisme hidup" pengujian dilakukan di dalam tubuh organisme hidup, sedangkan secara *in vitro* atau "di kaca" pengujian dilakukan di peralatan laboratorium. Dalam pengujian *in vitro*, biokompatibilitas material yang diuji dengan merendam spesimen selama beberapa minggu dalam simulasi cairan tubuh yang kondisinya mirip dengan yang di plasma darah manusia. Komposit HA/Ti diketahui telah mampu mempromosikan nukleasi apatit. Pada fase sekunder, Ti₂O membantu menghasilkan apatit pada permukaan komposit (Thian et al., 2005).

Pada penelitian lainnya pengujian komposit HA/Ti *in vivo* menggunakan kelinci putih Selandia Baru (Chu et al., 2006). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa komposit HA/Ti memiliki biokompatibilitas yang sangat baik yang memungkinkan untuk terintegrasi dengan tulang, yang dapat meningkatkan osteointegration dan ikatan yang kuat seiring dengan waktu setelah tahap awal implantasi. Komposit HA/Ti juga menghasilkan ikatan antarmuka tulang dengan tulang melalui lapisan apatit. Nilai bioaktivitas komposit HA/Ti ditentukan dengan meningkatkan kandungan titanium dalam sistem HA/Ti.

Salah satu metode dalam melakukan pengujian *in vitro* adalah dengan merendam sample selama beberapa hari dalam larutan *Simulated Body Fluid* (SBF). Larutan SBF mengandung ion seperti yang terkandung dalam plasma darah manusia. Perbandingan ion dalam *Simulated body fluid* (SBF) dan Plasma darah manusia dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Perbandingan ion dalam Simulated body fluid (SBF) dan Plasma darah manusia (Leyens C, 2006)

Species	Ion concentration (mmol/l)	
	Blood plasma	SBF
Ca ²⁺	2.5	2.2
HPO ₄ ²⁻	1.0	0.8
Na ⁺	142.0	140.3
Cl ⁻	148.8	148.0
Mg ²⁺	1.5	1.3
K ⁺	5.0	5.3
SO ₄ ²⁻	0.5	0.5
HCO ₃ ⁻	4.2	4.0



Gambar 34. perubahan berat sampel disinter pada 1100, 1200, dan 1300 °C setelah direndam dalam SBF selama delapan minggu

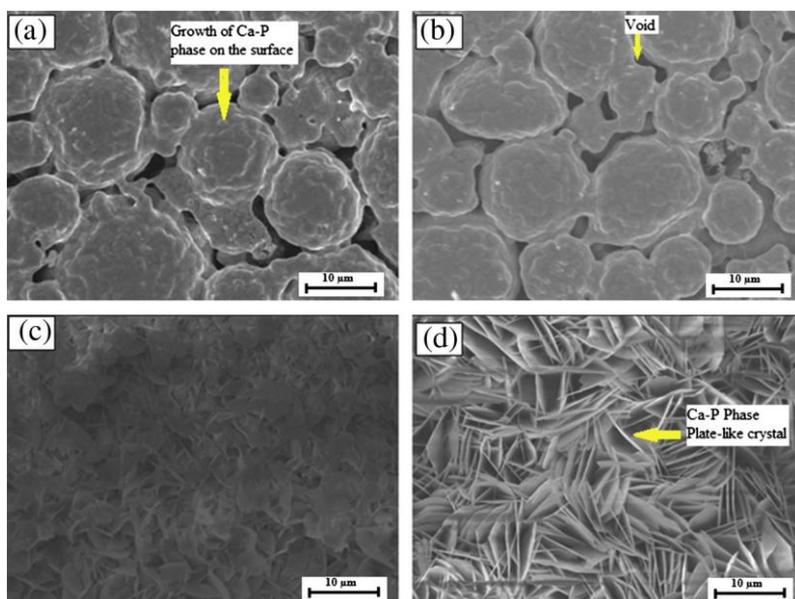
Gambar 34. menunjukkan perubahan berat sampel yang disinter pada 1100, 1200, dan 1300 °C setelah direndam dalam larutan SBF selama delapan minggu.

Tingkat dekomposisi HA pada kenaikan suhu tinggi bervariasi di setiap suhu sintering. Komposisi HA di komposit HA/Ti menentukan tingkat bioaktivitas material. Seperti yang ditunjukkan pada gambar tersebut, berat sampel yang disinter pada 1100 dan 1200 °C lebih tinggi dari pada 1300 °C, yang menggambarkan peran penting dari HA dalam meningkatkan bioaktivitas titanium. Selain itu, semua sampel yang disinter kehilangan berat (0,27-0,37%) pada minggu pertama. Sampel pada 1100 °C kehilangan berat yang paling tinggi dibandingkan dengan sampel lainnya. Hilangnya berat sampel dalam tahap awal dikaitkan dengan dekomposisi ion kalsium dari fase sekunder setelah proses sintering. Setelah penurunan bertahap dalam berat sampel selama minggu pertama, bobot sampel meningkat secara signifikan, menunjukkan awal pengendapan Ca-P.

Gambar 35 menunjukkan perubahan morfologi di HA/Ti6Al4V disinter setelah direndam dalam larutan SBF setelah (a) 1, (b) 3, (c) 6, dan (d) 8 minggu. Gambar 30 (a) menunjukkan kondisi mikro setelah satu minggu, serta nukleasi dan pertumbuhan fase Ca-P pada permukaan partikel Ti. Setelah tiga minggu, ukuran partikel Ti diperbesar karena pertumbuhan dari fase Ca-P. Setelah enam dan delapan minggu, morfologi bagian

sinter ditampilkan Ca-P lapisan fase dengan kristal seperti pelat.

Proses presipitasi dimulai dengan pembentukan kalsium titanat pada permukaan partikel titanium. Kemudian dilanjutkan dengan pembentukan kalsium dan fosfat pada kalsium titanat, yang memfasilitasi pembentukan lapisan kalsium fosfat *amorf*. Morfologi fase Ca-P selama uji *in vitro* menggunakan larutan SBF digambarkan dalam penelitian yang dilakukan oleh Gemelli et al. sebagai piring-seperti Kristal. Referensi lain melaporkan fase titanium oksida sebagai akibat sekunder dari interaksi HA-Ti, yang berperan penting dalam pembentukan apatit *in vitro*. Meskipun sebagian jumlah HA terdekomposisi, komposit HA/Ti6Al4V masih bisa bioaktif karena pembentukan titanium oksida yang disebabkan oleh interaksi HA-Ti dan fase sekunder lainnya.



Gambar 35. perubahan morfologi di HA / Ti6Al4V disinter setelah direndam dalam larutan SBF setelah (a) 1, (b) 3, (c) 6, dan (d) 8 minggu.

2. RANGKUMAN

Tingkat dekomposisi HA meningkat dengan meningkatnya suhu sintering. Selain itu, dekomposisi HA diamati pada permukaan partikel titanium. Berdasarkan oengujian *in vitro* dalam menggunakan SBF, komposit HA /Ti6Al4V yang disinter menunjukkan induksi nukleasi dan pertumbuhan fase Ca-P pada permukaan partikel Ti. Selain itu, meskipun fase HA

terdekomposisi dan membentuk fase sekunder, komposit HA /Ti6Al4V masih mampu meningkatkan biokompatibilitas dari Ti6Al4V (Arifin et al., 2015).

DAFTAR PUSTAKA

- Arifin, A., Sulong, A. B., Muhamad, N., Syarif, J., & Ramli, M. I. (2014). HA/Ti6Al4V Powder with Palm Stearin Binder System - Feedstock Characterization. *Applied Mechanics and Materials*, 564, 372-375. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.564.372
- Arifin, A., Sulong, A. B., Muhamad, N., & Syarif, J. (2015). Characterization of Hydroxyapatite/Ti6AL4V composite powder under various sintering temperature. *Jurnal Teknologi*, 75(7), 27-31. doi: 10.11113/jt.c75.5168
- Arifin, A., Sulong, A. B., Muhamad, N., Syarif, J., & Ramli, M. I. (2015b). Powder injection molding of HA/Ti6Al4V composite using palm stearin as based binder for implant material. *Materials & Design*, 65, 1028-1034. doi: 10.1016/j.matdes.2014.10.039
- Arifin, A., Sulong, A. B., Muhamad, N., Syarif, J., & Ramli, M. I. (2014b). Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review. *Materials & Design*, 55, 165-175. doi: 10.1016/j.matdes.2013.09.045
- Balbinotti, P., Gemelli, E., Buerger, G., Lima, S. A. d., Jesus, J. d., Camargo, N. H. A., . . . Soares, G. D. d. A. (2011). Microstructure development on sintered Ti/HA biocomposites produced by powder metallurgy. *Materials Research*, 14(3), 384-393. doi: 10.1590/s1516-14392011005000044
- Berezhnaya, A. Y., Mittova, V. O., Kostyuchenko, A. V., & Mittova, I. Y. (2009). Solid-phase interaction in the hydroxyapatite/titanium heterostructures upon high-temperature annealing in air and argon. *Inorganic*

Materials, 44(11), 1214-1217. doi:
10.1134/s0020168508110137

- Best, S. M., Porter, A. E., Thian, E. S., & Huang, J. (2008). Bioceramics: Past, present and for the future. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(7), 1319-1327. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.12.001
- Chen, L.-j., Li, T., Li, Y.-m., He, H., & Hu, Y.-h. (2009). Porous titanium implants fabricated by metal injection molding. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19(5), 1174-1179. doi: 10.1016/s1003-6326(08)60424-0
- Chu, C., Xue, X., Zhu, J., & Yin, Z. (2006). Fabrication and characterization of titanium-matrix composite with 20 vol% hydroxyapatite for use as heavy load-bearing hard tissue replacement. [Evaluation Studies]. *J Mater Sci Mater Med*, 17(3), 245-251. doi: 10.1007/s10856-006-7310-6
- Dorozhkin, S. V. (2010). Bioceramics of calcium orthophosphates. [Review]. *Biomaterials*, 31(7), 1465-1485. doi: 10.1016/j.biomaterials.2009.11.050
- Egorov, A. A., Smirnov, V. V., Shvorneva, L. I., Kutsev, S. V., & Barinov, S. M. (2010). High-temperature hydroxyapatite-titanium interaction. *Inorganic Materials*, 46(2), 168-171. doi: 10.1134/s0020168510020147
- German, R. M., & Bose, A. (1997). *Injection Molding of Metals and Ceramics*: Metal Powder Industries Federation.
- Heaney, D. F. (Ed.). (2012). *Handbook of metal injection molding*. New Delhi: Woodhead Publishing Limited.

- Hayashi, N., Ueno, S., Komarov, S. V., Kasai, E., & Oki, T. (2012). Fabrication of hydroxyapatite coatings by the ball impact process. *Surface and Coatings Technology*, 206(19-20), 3949-3954. doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.03.066
- Karageorgiou, V., & Kaplan, D. (2005). Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. [Research Support, N.I.H., Extramural Research Support, U.S. Gov't, P.H.S. Review]. *Biomaterials*, 26(27), 5474-5491. doi: 10.1016/j.biomaterials.2005.02.002
- Leyens C, P. M. (2006). *Titanium and Titanium Alloys.*: John Wiley & Sons.
- Nakano, T., Kan, T., Ishimoto, T., Ohashi, Y., Fujitani, W., Umakoshi, Y., . . . Nakajima, H. (2006). Evaluation of Bone Quality near Metallic Implants with and without Lotus-Type Pores for Optimal Biomaterial Design. *Materials Transactions*, 47(9), 2233-2239. doi: 10.2320/matertrans.47.2233
- Niespodziana, K., Jurczyk, K., Jakubowicz, J., & Jurczyk, M. (2010). Fabrication and properties of titanium–hydroxyapatite nanocomposites. *Materials Chemistry and Physics*, 123(1), 160-165. doi: 10.1016/j.matchemphys.2010.03.076
- Niespodziana, K., Jurczyk, K., & Jurczyk, M. (2006). The Manufacturing of Titanium-Hydroxyapatite Nanocomposites for Bone Implant Applications. *Nanopages*, 1(2), 219-229. doi: 10.1556/nano.1.2006.2.7
- Niinomi, M. (2008). Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications. [Review]. *J Mech Behav Biomed Mater*, 1(1), 30-42. doi: 10.1016/j.jmbbm.2007.07.001

- Onoki, T., & Hashida, T. (2006). New method for hydroxyapatite coating of titanium by the hydrothermal hot isostatic pressing technique. *Surface and Coatings Technology*, 200(24), 6801-6807. doi: 10.1016/j.surfcoat.2005.10.016
- Ruys, A. J., Wei, M., Sorrell, C. C., Dickson, M. R., Brandwood, A., & Milthorpe, B. K. (1995). Sintering effects on the strength of hydroxyapatite. *Biomaterials*, 16(5), 409-415. doi: 10.1016/0142-9612(95)98859-c
- Sopyan, I., Mel, M., Ramesh, S., & Khalid, K. A. (2016). Porous hydroxyapatite for artificial bone applications. *Science and Technology of Advanced Materials*, 8(1-2), 116-123. doi: 10.1016/j.stam.2006.11.017
- Thian, E. S., Huang, J., Best, S. M., Barber, Z. H., & Bonfield, W. (2005). Magnetron co-sputtered silicon-containing hydroxyapatite thin films--an in vitro study. [Research Support, Non-U.S. Gov't]. *Biomaterials*, 26(16), 2947-2956. doi: 10.1016/j.biomaterials.2004.07.058
- Thian, E. S., Loh, N. H., Khor, K. A., & Tor, S. B. (2001). Effects of debinding parameters on powder injection molded Ti-6Al-4V/HA composite parts. *Advanced Powder Technology*, 12(3), 361-370. doi: 10.1163/156855201750537901
- Webster, T. (2000). Enhanced functions of osteoblasts on nanophase ceramics. *Biomaterials*, 21(17), 1803-1810. doi: 10.1016/s0142-9612(00)00075-2
- Yang, Y., Kim, K. H., Agrawal, C. M., & Ong, J. L. (2004). Interaction of hydroxyapatite-titanium at elevated temperature in vacuum environment. [Evaluation Studies Research Support, U.S. Gov't, P.H.S.]. *Biomaterials*, 25(15), 2927-2932. doi: 10.1016/j.biomaterials.2003.09.072

Yugeswaran, S., Yoganand, C. P., Kobayashi, A., Paraskevopoulos, K. M., & Subramanian, B. (2012). Mechanical properties, electrochemical corrosion and in-vitro bioactivity of yttria stabilized zirconia reinforced hydroxyapatite coatings prepared by gas tunnel type plasma spraying. [Research Support, Non-U.S. Gov't]. *J Mech Behav Biomed Mater*, 9, 22-33. doi: 10.1016/j.jmbbm.2011.11.002

DAFTAR KATA PENTING

Bioaktif merupakan sifat senyawa yang memiliki efek pada organisme hidup, jaringan atau sel

Biomaterial. adalah substansi yang telah direkayasa untuk berinteraksi dengan sistem biologis untuk tujuan medis - baik terapi (mengobati, meningkatkan, memperbaiki atau mengganti fungsi jaringan tubuh) atau satu diagnostik.

Dekomposisi adalah proses dimana bahan organik terurai menjadi material yang lebih sederhana.

Hidroksiapatit (HA) adalah material yang memiliki komponen penyusun yang mirip dengan material tulang, rumus kimia HA adalah $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$.

Implan adalah suatu peralatan medis yang dibuat untuk menggantikan struktur dan fungsi suatu bagian biologis

Injeksi molding adalah proses manufaktur untuk memproduksi komponen dengan menyuntikkan bahan ke dalam cetakan.

Komposit adalah material yang terbuat dari dua bahan atau lebih yang tetap terpisah dan berbeda dalam level makroskopik untuk membentuk komponen tunggal

Kompaksi yaitu proses penyatuan pada material dengan penekanan sehingga jarak antar material semakin dekat.

Metalurgi serbuk adalah proses pembentukan benda dari suatu material dimana material dihancurkan dahulu berupa tepung, kemudian tepung tersebut ditekan di dalam cetakan (mold) dan dipanaskan di bawah temperatur leleh serbuk sehingga terbentuk benda kerja.

Metal Injection Molding (MIM) adalah proses pengerjaan logam dimana logam yang berbentuk serbuk dicampur dengan binder untuk membentuk bahan baku “feedstock” yang

mampu ditangani oleh peralatan pengolahan plastik melalui proses yang dikenal sebagai injection molding.

Reologi adalah studi tentang aliran suatu material

Pengikat (*Binder*) adalah material atau substansi yang memegang atau menarik bahan lain bersama-sama untuk membentuk suatu kesatuan yang utuh mekanis, kimia, atau sebagai perekat

Sintering adalah proses pemadatan dan membentuk massa yang solid dari materi oleh panas atau tekanan tanpa mencair ke titik pencairan

Indeks

- Amorf*, 14, 50
Apatit, 12, 18, 19, 50
Argon, 14, 15, 35, 52
Bahan baku, 4, 24, 26, 29, 30, 31, 33, 34, 37, 38, 57
Binder, 2, 24, 26, 28, 29, 52, 57
Bioactive, 8
Bioaktivitas, 19, 23, 26, 45, 48, 50
Biocompatibility, 8
Biokeramik, 8
Biokompatibilitas, 8, 12, 15, 19, 22, 25, 26, 45, 51
Debinding, 7, 32, 33, 34, 35, 42, 54
Dehidroksilasi, 12, 13, 14, 37, 44, 47
Dekomposisi, 12, 13, 14, 16, 33, 37, 38, 41, 45, 47, 49, 51
EDX, 44, 45
Energi aktivasi, 26, 31
Fick, 44
Hidroksiapatit, 8, 12, 26, 28, 34, 56
Homogenitas, 24, 26
Implan, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 17, 18, 22, 25, 41
In vitro, 18, 23, 25, 48, 50, 54
In vivo, 18, 19, 25
Indeks perilaku aliran, 29, 30, 31
Inert, 11, 26
Injeksi, 3, 4, 7, 23, 26, 29, 30, 31, 34, 35, 42, 47
Interlocking, 23
Isostatic, 19, 20, 21, 23, 54
Kalsium titanat, 14, 15, 25, 50
Kekerasan, 18, 24, 36
Kepadatan, 37, 47
Kompaksi, 19, 20, 21, 22, 23
Kompaksi panas, 19, 21, 22
Komposit, 9, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 23, 24, 25, 33, 34, 35, 37, 38, 40, 41, 45, 47, 48, 50, 51
Medis, 3, 8, 9, 10, 24, 25, 56
Metal Injection Molding, 1, 7, 24, 34, 56
Metalurgi serbuk, 4, 19, 20, 34
Metalurgi Serbuk, iv, 1, 7, 19
Modulus Young, 8, 9, 10, 12, 13, 18, 24, 34, 41
Morfologi, 16, 43, 47, 50, 51
Nanomaterial, 17

Net shape, 1, 7
 Newtonian, 30
 Nitrogen, 4, 16, 17
Stearin sawit, 26, 28, 31, 42, 52
 Pengikat, 2, 4, 24, 26, 28, 29, 33, 34, 35, 42
 Persamaan Weir, 31
 Plasma, 18, 19, 21, 22, 23, 48, 55
Plastic Injection Molding, 1, 7
 Polyethylene, 1, 28, 33, 42
 Pori, 9, 13, 26, 33, 34, 42, 47
 Porositas, 10, 21, 23, 24
Powder injection molding, 1, 19, 52
 Presipitasi, 50
Prostesis, 8
 Pseudoplastic, 29, 30, 33
 Rasio, 15, 45
 Reologi, 29
 SBF, 48, 49, 50, 51
 Serbuk, 7, 13, 19, 20, 24, 27, 28, 29, 30, 33, 34, 37, 56
 Sifat mekanik, 8, 13, 17, 21, 22, 23, 25, 26, 47
 Sigma, 24, 29
Simulated Body Fluid, 48
 Sintering, 1, 4, 7, 13, 14, 16, 19, 21, 24, 25, 26, 34, 35, 36, 38, 40, 41, 43, 45, 46, 47, 50, 51, 52
 Sitotoksik, 9
Stress shielding, 8, 9, 10
 Struktur mikro, 21
 Termoplastik, 1, 2
 Tetra kalsium fosfat, 12
 Titanium, 4, 8, 9, 10, 12, 14, 15, 16, 17, 19, 21, 23, 24, 25, 26, 27, 33, 34, 36, 37, 42, 44, 45, 47, 50, 51, 52, 53, 54, 55
 Titanium oksida, 14, 15, 38, 44, 50
 Toksisitas, 8, 9
 Tulang, 8, 9, 10, 12, 13, 18, 19, 25, 26, 34, 41, 56
 Vakum, 16, 35, 38, 44
 Viskositas, 26, 29, 30, 31
 XRD, 14, 15, 17, 35, 36, 37, 38

Biodata Penulis



Amir Arifin, Lahir di Palembang 27 September 1979. Lulus S1 dari Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya tahun 2003, lulus S2 dari Program Pascasarjana jurusan Teknik Mesin Universitas Gadjah Mada pada tahun 2008. Pada tahun 2015 mendapatkan gelar Ph.D dari Universiti Kebangsaan

Malaysia dengan Judul Disertasi "*Powder Injection Moulding of Hydroxyapatite/Titanium Alloy Composite.*" Saat ini adalah dosen tetap pada Jurusan Teknik Mesin dan Program Pascasarjana Teknik Mesin Universitas Sriwijaya. Aktif menulis beberapa jurnal ilmiah yang diterbitkan pada Jurnal Nasional dan Internasional yang terindex.

ISBN : 979-587-676-7



9

789795

876762