

SKRIPSI
STUDI PENGARUH TEMPERATUR KOMPAKSI PADA
PEMBUATAN KERAMIK HIDROKSIAPATIT MELALUI
PROSES SINTERING DINGIN



ANI OCTAPIA

03051181722074

PROGRAM STUDI TEKNIK MESIN

JURUSAN TEKNIK MESIN

FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS SRIWIJAYA

2021

SKRIPSI
STUDI PENGARUH TEMPERATUR KOMPAKSI PADA
PEMBUATAN KERAMIK HIDROKSIAPATIT MELALUI
PROSES SINTERING DINGIN

Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mendapatkan
Gelar Sarjana Teknik Mesin Pada Fakultas Teknik Universitas
Sriwijaya



OLEH
ANI OCTAPIA
03051181722074

PROGRAM STUDI TEKNIK MESIN
JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SRIWIJAYA
2021

HALAMAN PENGESAHAN

**STUDI PENGARUH TEMPERATUR KOMPAKSI PADA
PEMBUATAN KERAMIK HIDROKSIAPATIT MELALUI
PROSES SINTERING DINGIN**

SKRIPSI

**Diajukan Untuk Melengkapi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar sarjana Teknik Mesin
Pada Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya**

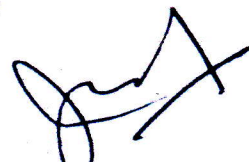
**Oleh:
ANI OCTAPIA
03051181722074**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Teknik Mesin**



**Irsyadi Yani, S.T., M.Eng., Ph.D.
NIP. 197112251997021001**

**Inderalaya, Juli 2021
Diperiksa dan disetujui oleh
Pembimbing Skripsi**



**Gunawan, S.T, M.T, Ph.D.
NIP. 197705072001121001**

JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SRIWIJAYA

Agenda No. :
Diterima Tanggal :
Paraf :

SKRIPSI

NAMA : ANI OCTAPIA
NIM : 03051181722074
JURUSAN : TEKNIK MESIN
JUDUL SKRIPSI : STUDI PENGARUH TEMPERATUR
KOMPAKSIPADA PEMBUATAN KERAMIK
HIDROKSIAPATIT MELALUI PROSES
SINTERING DINGIN
DIBUAT TANGGAL : DESEMBER 2020
SELESAI TANGGAL : JULI 2021



Irsyadi Yani, S.T., M.Eng., Ph.D.
197112251997021001

Inderalaya, Juli 2021

Diperiksa dan disetujui oleh
Pembimbing Skripsi

Gunawan, S.T., M.T., Ph.D.
NIP. 197705072001121001

HALAMAN PERSETUJUAN

Karya tulis ilmiah berupa Skripsi ini dengan judul “STUDI PENGARUH TEMPERATUR KOMPAKSI PADA PEMBUATAN KERAMIK HIDROKSIAPATIT MELALUI PROSES SINTERING DINGIN” telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji Karya Tulis Ilmiah Fakultas Teknik Program Studi Teknik Mesin Universitas Sriwijaya pada tanggal 14 Juli 2021.

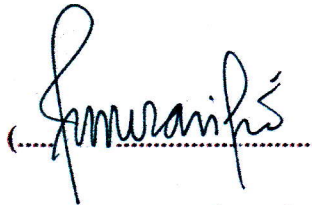
Indralaya, 14 Juli 2021

Tim Penguji Karya tulis ilmiah berupa Skripsi

Ketua :

1. Amir Arifin, S.T, M.Eng, Ph.D.

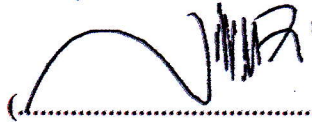
NIP 197909272003121004

(.....)

Anggota :

2. M.A.Ade Saputra, S.T., M.T.

NIP 198711302019031006

(.....)

3. Barlin, S.T, M.Eng, Ph.D.

NIP 198106302006041001

(.....)



Mengetahui,
Ketua Jurusan Teknik Mesin

Irsyadi Yan, S.T., M.Eng., Ph.D
NIP. 197112251997021001

Inderalaya, Juli 2021
Diperiksa dan disetujui oleh
Pembimbing Skripsi


Gunawan, S.T., M.T., Ph.D.
NIP. 197705072001121001

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis atas kehadiran Allah SWT. yang telah memberikan Rahmat, Nikmat dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi ini.

Skripsi yang berjudul "Studi pengaruh temperatur kompaksi pada pembuatan hidroksiapatit melalui proses sintering dingin", disusun untuk melengkapi salah satu syarat mendapatkan Gelar Sarjana Teknik pada Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya.

Pada kesempatan ini dengan setulus hati penulis menyampaikan rasa hormat dan terimakasih yang tak terhingga atas segala bimbingan dan bantuan yang telah diberikan dalam penyusunan proposal ini kepada :

1. Ibu Mursina dan Bapak Sudirman (Alm) selaku orang tua penulis yang selalu mendukung baik secara lahir maupun batin.
2. Gunawan, S.T, M.T, Ph.D. selaku Dosen pengarah Jurusan Teknik Mesin Universitas Sriwijaya sekaligus sebagai Dosen Pembimbing Skripsi yang telah banyak sekali memberikan arahan dan saran dalam menyelesaikan proposal skripsi ini.
3. Irwin Bizzi, S.T, M.T. Selaku pembimbing akademik penulis di jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya.
4. Irsyadi Yani, S.T, M.Eng, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Teknik Mesin Universitas Sriwijaya.
5. Amir Arifin, S.T, M.Eng, Ph.D. selaku Sekretaris Jurusan Teknik Mesin Universitas Sriwijaya.
6. Ganang Trycahyono selaku partner dalam penelitian.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan proposal skripsi ini masih banyak sekali kekurangan karena keterbatasan ilmu yang penulis miliki. oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun untuk kelanjutan skripsi ini kedepannya akan sangat membantu.

Akhir kata penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi kemajuan ilmu pengetahuan di masa yang akan datang di kemudian hari.

Inderalaya, 31 Juli 2021

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Ani Octapia', with a horizontal line underneath.

Ani Octapia

Nim.03051181722074

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Ani Octapia

NIM : 03051181722074

Judul : Studi Pengaruh Temperatur Kompaksi pada Pembuatan Keramik Hidroksiapatit Melalui Proses Sintering Dingin

Memberikan izin kepada Pembimbing dan Universitas Sriwijaya untuk mempublikasikan hasil penelitian saya untuk kepentingan akademik apabila dalam waktu 1 (satu) tahun tidak mempublikasikan karya penelitian saya. Dalam kasus ini saya setuju untuk menempatkan Pembimbing sebagai penulis korespondensi (*Corresponding author*)

Demikian, pernyataan ini saya buat dalam keadaan sadar dan tanpa ada paksaan dari siapapun.



Inderalaya, 31 Juli 2021



Ani Octapia

Nim. 03051181722074

RINGKASAN

STUDI PENGARUH TEMPERATUR KOMPAKSI PADA PEMBUATAN
KERAMIK HIDROKSIAPATIT MELALUI PROSES SINTERING DINGIN
Karya Tulis Ilmiah berupa skripsi, 26 Juli 2021

Ani Octapia ; Dibimbing oleh Gunawan, S.T., M.T., Ph.D.

XXIX + 71 Halaman, 10 Tabel, 44 Gambar

RINGKASAN

Dalam dunia medis Untuk memperbaiki kerusakan tulang tersebut diperlukan suatu material pengganti tulang. Pada bidang medis telah dilakukan perbaikan kerusakan tulang dengan berbagai jenis biomaterial. Bahan keramik yang sering digunakan sebagai pengganti tulang yakni hidroksiapatit, hidroksiapatit yang berasal dari tulang sapi telah secara luas dipergunakan pada kesehatan manusia misalkan untuk mencangkok, memperbaiki, mengisi atau mengganti tulang yang rusak dan sebagai bahan untuk pemulihan jaringan gigi atau untuk menampal lubang pada gigi. Bahan yang tidak beracun dan bersifat biologis yang dapat digunakan dengan jaringan tulang disebut Hidroksiapatit. Untuk memperbaiki kerusakan pada tulang tersebut diperlukan suatu material pengganti tulang. Hidroksiapatit sintetik $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ adalah salah satu bahan biokeramik yang sering digunakan dalam pengaplikasian biomedis sebagai bahan terapi substitusi tulang atau bone graft. Susunan kristal hidroksiapatit terdapat gambaran identik dengan hidroksiapatit pada tulang. Biomaterial keramik hidroksiapatit berpotensi sebagai bahan implan karena memiliki sifat biokompatibilitas dan bioaktif. Hidroksiapatit (HA) memiliki rumus kimia $(\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2)$ termasuk senyawa biokeramik yang dibentuk dari unsur utama kalsium dan fosfor untuk penyusun tulang makhluk hidup. Biokeramik merupakan penggolongan jenis bahan keramik digunakan dalam medikal dan dental industri, terutama sebagai implan ataupun organ pengganti makhluk hidup karena mempunyai komposisi sifat mineral yang sama dengan

tulang dan gigi pada manusia. Hidroksiapatit dapat disintesis melalui berbagai metode, seperti pengendapan kimia basah, pengendapan basah, pengendapan biomimetik rute sol-gel (pengendapan kimia-basah) atau elektro deposisi. Metode hidroksiapatit konvensional yang banyak digunakan saat ini yaitu hidroksiapatit mikrokristalin dimana struktur kristalnya berada dalam kisaran mikrometer. Penelitian mengenai hidroksiapatit terus berkembang dan bentuk nanokristalin dari hidroksiapatit terutama mengenai sifat fisik, mekanik, kimia dan biologisnya karena hidroksiapatit nanokristalin ini lebih menyerupai bentuk alami dibandingkan hidroksiapatit mikrokristalin. Pembuatan hidroksiapatit menggunakan metode sintering dingin menggunakan bahan baku berupa tulang sapi yang telah di kalsinasi pada temperatur 600⁰C. Ukuran serbuk yang digunakan adalah 200 mesh atau 0,074 mm. Proses pembuatannya melibatkan proses kalsinasi dengan *elektric furnace*, *grinding*, *sieving*, *mixing* menggunakan *ballmilling*, *compression* menggunakan alat kompaksi dengan tekanan 600 Mpa selama 10 menit per spesimen, dan sintering dengan temperatur 150⁰C, 200⁰C, 250⁰C. Pengujian lainnya yang dilakukan adalah pengujian densitas yang bertujuan mengetahui porositas yang terdapat spesimen dan pengujian tekan untuk mengetahui kekuatan mekaniknya, pada pengujian kekuatan tekan semakin tinggi suhu sintering semakin besar pula nilai kekuatan tekannya pada penelitian. Serta pengujian XRD untuk melihat nilai tertinggi dari kandungan hidroksiapatit, serta untuk pengamatan struktur mikro dengan menggunakan perbesaran 200x pada suhu 150⁰C, 200⁰C, 250⁰C.

Kata kunci: Hidrosiapatit, , kompaksi, uji tekan, uji densitas, XRD dan struktur mikro.

SUMMARY

STUDY OF THE EFFECT OF COMPACT TEMPERATURE ON THE MANUFACTURE OF HYDROXYAPATITE CERAMIC THROUGH COLD SINTERING PROCESS

Scientific Writing in the form of a thesis, 26 July 2021

Ani Octapia ; Supervised by Gunawan, S.T., M.T., Ph.D.

XXIX + 71 Pages, 10 Tables, 44 Images

SUMMARY

In the medical world, to repair bone damage, a bone replacement material is needed. In the medical field, bone damage repair has been carried out with various types of biomaterials. Ceramic materials that are often used as bone substitutes, namely hydroxyapatite, hydroxyapatite derived from bovine bones have been widely used in human health, for example for grafting, repairing, filling, or replacing damaged bone and as a material for the restoration of dental tissue or for filling holes in teeth. A non-toxic and biological material that can be used with bone tissue is called Hydroxyapatite. To repair the damage to the bone, a bone replacement material is needed. Synthetic hydroxyapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ is one of the bioceramic materials that is often used in biomedical applications as a bone substitution therapy or bone graft. The crystal structure of hydroxyapatite is identical to that of hydroxyapatite in bone. Hydroxyapatite ceramic biomaterial has potential as an implant material because it has biocompatibility and bioactive properties. Hydroxyapatite (HA) has a chemical formula $(\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2)$, including a bioceramic compound formed from the main elements calcium and phosphorus for the bones of living things. Bioceramics is a classification of types of ceramic materials used in the

medical and dental industries, especially as implants or replacement organs for living things because they have the same composition of mineral properties as bones and teeth in humans. Hydroxyapatite can be synthesized through various methods, such as wet chemical precipitation, wet precipitation, precipitation biomimetic sol-gel route (wet-chemical precipitation) or electrodeposition. The conventional hydroxyapatite method that is widely used today is microcrystalline hydroxyapatite where the crystal structure is in the micrometer range. Research on hydroxyapatite continues to develop and the nanocrystalline form of hydroxyapatite, especially regarding its physical, mechanical, chemical, and biological properties because this nanocrystalline hydroxyapatite is more similar to the natural form than microcrystalline hydroxyapatite. The manufacture of hydroxyapatite using cold sintering method using raw material in the form of beef bones that have been calcined at a temperature of 6000C. The size of the powder used is 200 mesh or 0.074 mm. The manufacturing process involves calcining with an electric furnace, grinding, sieving, mixing using ball milling, compression using a compactor with a pressure of 600 Mpa for 10 minutes per specimen, and sintering at temperatures of 150⁰C, 200⁰C, 250⁰C. Other tests carried out are density testing which aims to determine the porosity of the specimen and compressive testing to determine its mechanical strength, in compressive strength testing, the higher the sintering temperature, the greater the compressive strength value in the study. As well as XRD testing to see the highest value of hydroxyapatite content, as well as to observe the microstructure using 200x magnification at temperatures of 150⁰C, 200⁰C, 250⁰C.

Keywords: Hydroxyapatite, compaction, compression test, density test, XRD, and microstructure.

DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul.....	i
Halaman Pengesahan.....	v
Halaman Persetujuan.....	ix
Kata Pengantar	xi
Halaman Pernyataan Integritas.....	xiii
Halaman Pernyataan Persetujuan Publikasi	xv
Ringkasan	xvii
Summary	xix
Daftar Isi.....	xxi
Daftar Gambar	xxv
Daftar Tabel.....	xxvii
Daftar Lampiran	xxix
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Biomaterial.....	7
2.1.1 Biomaterial Keramik (Biokeramik)	8

2.1.2	Biomaterial Polimer	9
2.1.3	Biomaterial Komposit	10
2.1.4	Biomaterial Logam.....	10
2.2	Tulang Sapi	11
2.3	Hidroksiapatit	12
2.4	<i>Cold Sintering</i> (Sintering Dingin)	15
2.4.1	Mekanisme Sintering.....	19
2.4.2	Tahap <i>Cold Sintering</i>	23
2.4.3	Pengaruh Temperatur Sintering.....	27
2.5	<i>Hydrothermal Sintering</i>	27
BAB 3 METODE PENELITIAN		31
3.1	Diagram Alir Penelitian	31
3.2	Alat dan Bahan	32
3.3	Persiapan Bahan Keramik Hidrosiapatit	32
3.4	Prosedur Penelitian.....	33
3.4.1	Persiapan bahan baku pembuatan biomaterial hidroksiapatit	33
3.5	Pembuatan Hidrosiapatit	37
3.6	Metode Pengujian.....	40
3.6.1	Pengujian Densitas	42
3.6.2	Pengujian Tekan.....	43
3.6.3	Pengujian <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	44
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN		45
3.7	Desain <i>Molding Cold Sintering</i>	45
3.7.1	Proses Pembuatan Spesimen HA	47

3.8	Pengujian Densitas	52
3.9	Pengujian XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	55
3.9.1	Hasil Pengujian XRD Tulang Sapi	56
3.10	Pengujian Tekan.....	58
3.11	Hasil Pengamatan Struktur <i>Micro</i>	60
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN		65
3.12	Kesimpulan	65
3.13	Saran.....	65
DAFTAR RUJUKAN		65
LAMPIRAN		69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Tulang Femur	11
Gambar 2 Spektrum bioaktivitas untuk berbagai implan biokeramik.....	13
Gambar 3 Cabang ilmu yang mendasari <i>Ultra Low Energy Sintering</i> (ULES)	16
Gambar 4 Kumulatif jumlah makalah dari bahan khusus diproses menggunakan CS, HHP and CSP	18
Gambar 5 Pengaturan eksperimental yang digunakan untuk ULES	19
Gambar 6 Gambaran umum mekanisme konsolidasi suhu kamar dalam logam dan keramik.....	22
Gambar 7 Jumlah publikasi <i>Ultra Low Energy Sintering</i> (ULES) per tahun, per Juni 2019 (a) dalam kondisi kering menggunakan CS; (b) dengan adanya cairan menggunakan HHP dan CSP	23
Gambar 8 Kondisi sintering dingin dalam gram fase air (tekanan / suhu dengan asumsi ruang tertutup rapat seperti dalam kasus hot press hidrotermal).	24
Gambar 9 Skematis dari penekanan Isostatic Cold Consolidation (ICC) diikuti oleh pengeringan tanpa tekanan.....	26
Gambar 10 Diagram Alir.....	31
Gambar 11 Kumpulan Tulang Sapi.....	33
Gambar 12 Tulang sapi yang akan digunakan untuk membuat serbuk hidroksiapatit	33
Gambar 13 Membersihkan Tulang Sapi.....	34
Gambar 14 Perebusan Tulang	35
Gambar 15 Proses pengeringan untuk mengurangi kadar air sisa perebusan tulang	35
Gambar 16 Pemotongan tulang sapi menjadi kecil.....	36
Gambar 17 Proses kalsinasi alat Furnace	36
Gambar 18 Alat furnace untuk kalsinasi	37
Gambar 19 Proses Penumbukan (HA)	37
Gambar 20 <i>Ball Milling</i>	38

Gambar 21 Ayakan 200 mesh.....	39
Gambar 22 Proses Penimbangan Serbuk.....	39
Gambar 23 Alat kompaksi.....	40
Gambar 24 Gambar Spesimen yang telah dikompaksi pada suhu 150° C.....	41
Gambar 25 Gambar Spesimen yang telah dikompaksi pada suhu 200 C.....	41
Gambar 26 Gambar Spesimen yang telah dikompaksi pada suhu 250° C.....	42
Gambar 27 Skema pengujian densitas.....	43
Gambar 28 Alat uji X-Ray Diffraction (XRD)	44
Gambar 29 Desain Molding cold sintering.....	45
Gambar 30 Skema Kompaksi Sintering Dingin	45
Gambar 31 Molding Spesimen	48
Gambar 32 Penekan molding	49
Gambar 33 Penekan molding menggunakan material 4340 as-riecieved.....	49
Gambar 34 Penekan molding menggunakan material 4340 (Heat Treatment Quenching dengan fluida air).....	50
Gambar 35 Penekan molding menggunakan material 4340 <i>heattreatment</i> Quenching dengan fluida Oli).....	51
Gambar 36 Pengujian Densitas berat kering keramik hidrosiapatit	52
Gambar 37 Pengujian Densitas berat kering keramik hidrosiapatit	53
Gambar 38 Grafik Porositas HA dengan Temperatur 150°, 200° dan 250°	55
Gambar 39 Spektrum hasil XRD tulang sapi pada suhu 600°C	56
Gambar 40 Spektrum hasil XRD Hidroksiapatit pada temperatur 250°C.....	57
Gambar 41 Grafik Pengujian kekuatan tekan HA pada temperatur 150 °C, 200°C, 250°C.....	59
Gambar 42 Hasil Pengamatan Struktur Mikro Temperatur 150°C dengan pembesaran 200x.....	60
Gambar 43 Hasil Pengamatan Struktur Mikro Temperatur 200°C dengan pembesaran 200x.....	61
Gambar 44 Hasil Pengamatan Struktur Mikro Temperatur 250°C dengan pembesaran 200x.....	61

DAFTAR TABEL

Tabel 1 Keramik yang digunakan dalam bidang kedokteran	9
Tabel 2 Sifat Mekanik Biomaterial Logam	11
Tabel 3 Kandungan XRF dari HSLA AISI 4340	51
Tabel 5 Data hasil pengujian densitas dan porositas sampel HA dengan temperatur 150 °C	54
Tabel 6 Data hasil pengujian densitas dan porositas sampel HA dengan temperatur 200 °C	54
Tabel 7 Data hasil pengujian densitas dan porositas sampel HA dengan temperatur 250 °C	54
Tabel 8 Data Hasil Pengujian Tekan Hidroksiapatit pada Temperatur 150°C .	58
Tabel 9 Data Hasil Pengujian Tekan Hidroksiapatit pada Temperatur 200°C .	58
Tabel 10 Data Hasil Pengujian Tekan Hidroksiapatit pada Temperatur 250°C	59

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Penumbukan tulang menggunakan Mortar	69
Lampiran 2 Proses Ballmill serbuk HA	69
Lampiran 3 Proses Kompaksi Sintering Dingin.....	70
Lampiran 4 Kartu Asistensi Bimbingan Skripsi.....	71
Lampiran 5 Formulir Pemeriksaan Format Skripsi	72
Lampiran 6 Cek Similiritas (Turnitin).....	73

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Suatu kerusakan pada tulang manusia yang mengakibatkan terganggunya fungsi organ tubuh lainnya. Berbagai cara yang dilakukan guna meningkatkan kualitas kehidupan individu. Untuk memperbaiki kerusakan tulang tersebut diperlukan suatu material pengganti tulang. Pada bidang medis telah dilakukan perbaikan kerusakan tulang dengan berbagai jenis biomaterial.

Bahan keramik yang sering digunakan sebagai pengganti tulang yakni hidroksiapatit, hidroksiapatit berasal dari tulang sapi telah luas dipergunakan pada kesehatan manusia misalkan untuk memperbaiki, mengisi atau mengganti tulang yang rusak dan sebagai bahan untuk pemulihan jaringan atau untuk menampal lubang pada gigi . Bahan yang tidak beracun dan bersifat biologis yang dapat digunakan dengan jaringan tulang disebut Hidroksiapatit. HA biasanya digunakan sebagai bahan implan baik dalam bentuk massal dan sebagai lapisan biokompatibel tipis pada permukaan implan logam untuk mempromosikan proses *osseointegration*.

Untuk memperbaiki kerusakan pada tulang tersebut diperlukan suatu material pengganti tulang. Hidroksiapatit sintetik $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})$ adalah salah satu bahan biokeramik yang sering digunakan dalam pengaplikasian biomedis sebagai bahan terapi substitusi tulang atau bone graft. Susunan kristal hidroksiapatit terdapat gambaran identik dengan hidroksiapatit pada tulang. Material tersebut memiliki sifat biokompatibel, osteokonduktif, serta dapat menyatu dengan tulang sehingga dapat meningkatkan proses regenerasi tulang (Hengky, 2011). Selain itu Hidroksiapatit $\text{Ca}_5\text{HO}_{13}\text{P}_3$ juga adalah suatu material bioaktif biasa digunakan sebagai lapisan dalam implantasi komposit (Pratiwi et al., 2018).

Kesamaan struktur kimia dengan tulang mineral pada jaringan manusia, maka hidroksiapatit sintetik menunjukkan daya tarik yang sangat kuat pada jaringan keras. Pembentukan ikatan kimia dengan tempat jaringan yang bagus memberikan keuntungan yang besar pada hidroksiapatit dalam aplikasi klinik sebagai material pengganti tulang, seperti allograft atau sebagai pelapis implant logam. Hidroksiapatit bersifat osteokonduksi, yaitu mampu menginduksi dan menstimulasi sel-sel punca dan osteoblas untuk berproliferasi dan diferensiasi dalam pembentukan tulang baru atau proses regenerasi tulang. Proses pada osteoinduksi yang berfungsi untuk menstimulasi osteogenesis, bone graft aktif menstimulasi dan menginduksi sel-sel punca dan menstimulasi osteoblas dari jaringan sekitar untuk berproliferasi dan diferensiasi dalam pembentukan tulang yang baru.

Biomaterial keramik pada hidroksiapatit berpotensi sebagai bahan implan tulang dan memiliki sifat biokompatibilitas dan bioaktif. Hidroksiapatit (HA) memiliki rumus kimia $(C_{10}(PO_4)_6(OH)_2)$ termasuk senyawa biokeramik yang dibentuk dari unsur utama kalsium dan fosfor untuk penyusun zat tulang makhluk hidup. Biokeramik adalah penggolongan jenis bahan keramik digunakan pada medikal dan dental industri, juga sebagai implan ataupun organ pengganti makhluk hidup karena memiliki komposisi sifat mineral yang sama dengan tulang dan gigi manusia.

Pada bahan keramik konvensional yang dikategorikan ke dalam beberapa kelompok, termasuk gerabah, periuk, porselen, dan porselen tulang. Produksi keramik awalnya dikembangkan untuk memenuhi kebutuhan teknologi mendasar seperti kapal air dan peralatan memasak dan kemudian beralih ke ubin dekoratif, patung, artware, dan peralatan makan di seluruh dunia. Keramik industri muncul untuk mendukung manufaktur dan aplikasi infrastruktur suhu tinggi yang membutuhkan refraktori, batu bata, isolasi listrik, dan cawan lebur yang dapat bertahan hidup di lingkungan yang lebih ekstrem dengan kemurnian yang lebih besar dan kontrol struktur mikro.

Hidroksiapatit dapat disintesis melalui berbagai metode, seperti pengendapan kimia basah, pengendapan basah, pengendapan biomimetik rute sol-gel (pengendapan kimia-basah) atau elektro deposisi. Metode hidroksiapatit

konvensional yang banyak digunakan saat ini yaitu hidroksiapatit mikrokristalin dimana struktur kristalnya berada dalam kisaran mikrometer. Penelitian mengenai hidroksiapatit terus berkembang dan bentuk nanokristalin dari hidroksiapatit terutama mengenai sifat fisik, mekanik, kimia dan biologisnya karena hidroksiapatit nanokristalin ini lebih menyerupai bentuk alami dibandingkan hidroksiapatit mikrokristalin.

Pada hal ini dimana ingin melihat pengaruh temperatur pembuatan keramik hidroksiapatit melalui sintering dingin, dimana sintering dingin tersebut merupakan teknik pengolahan suhu rendah yang inovatif yang memungkinkan konsolidasi beberapa keramik. Meskipun kegiatan penelitian baru-baru ini pada sintering dingin keramik fungsional dan struktural, sebuah studi analitik akuntansi untuk konsolidasi dan fenomena pertumbuhan biji-bijian masih hilang dalam literatur. Dalam penelitian ini, kami memberikan analisis teoritis tentang mekanisme aktif selama sintering dingin. Analisis ini mempertimbangkan dua pendekatan sintering dingin, yang ditandai dengan penerapan tekanan isostatik atau uniaksial. Fenomena fisik dan fitur mikrostruktur dibahas mengingat pendekatan sintering dingin yang diterapkan. Model densifikasi berbantuan tekanan yang dikembangkan menunjukkan bahwa proses yang mengatur densifikasi selama sintering dingin uniaksial lebih kompleks dari pada proses sintering fase cair konvensional. Peran utama dalam interaksi air / material yang mempromosikan beberapa efek seperti pembentukan cacat permukaan dan fase sekunder, rekristalisasi dinamis dan fenomena lainnya yang sebagian masih belum diketahui.

Berdasarkan uraian diatas tersebut penulis mengambil tugas akhir / skripsi : **“Studi Pengaruh Temperatur Kompaksi Pada Pembuatan Keramik Hidroksiapatit Melalui Proses Sintering Dingin”**.

1.2 Rumusan Masalah

Pada percobaan umumnya penyintering keramik dilakukan pada temperatur diatas 1000°C, sintering pada temperatur ini akan merubah komposisi material dan juga akan menarik energi listrik yang sangat tinggi. Sintering dingin dilakukan pada temperatur rendah (sekitar 250°C) memiliki kelebihan dibandingkan sintering konvensional dimana energi listrik yang digunakan lebih rendah. Waktu yang diperlukan penyintering relatif lebih cepat dan dari sisi penggunaan energi lebih murah, metode baru dan belum banyak penelitian cold sintering dengan menggunakan HA dari tulang sapi terutama pengaruh temperatur sintering. Pada penelitian pembuatan hidroksiapatit berbahan tulang sapi menggunakan metode sintering dingin belum banyak ditemukan diliteratur-literatur.

Pada penelitian kali ini melakukan pembuatan biomaterial hidroksiapatit menggunakan bahan limbah tulang sapi. Bahan baku akan diproses dengan metode sintering dingin menggunakan variasi temperatur pada kompaksi. Proses pembuatan keramik hidroksiapatit dengan menggunakan metode sintering dingin dengan penggunaan energi yang lebih hemat, belum banyak dilakukan penelitian lain, demikian juga pengaruh temperatur kompaksi.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang akan dibahas pada penelitian ini, sebagai berikut :

1. Material berasal dari tulang sapi sebagai bahan uji penelitian.
2. Menggunakan metode *cold sintering* pada temperatur 150°C, 200°C dan 250°C.
3. Tekanan kompaksi dilakukan pada 600 MPa selama 10 menit.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan yang dilakukan oleh penulis yaitu sebagai berikut:

1. Untuk menghasilkan keramik HA dengan metode *cold sintering*.
2. Untuk mengetahui pengaruh temperatur sintering pada pembuatan keramik, dan mengkarakterisasi sifat kimia (phasa yang terbentuk), sifat fisik (densitas, morfologi) dan mekanik (kekrasan, kekuatan tekan) keramik HA dengan metode *cold sintering*.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Membuat keramik hidroksiapatit sebagai percobaan biomaterial.
2. Mempelajari sifat kimia, sifat fisik dan sifat mekanik pada keramik hidroksiapatit.
3. Agar dapat membantu peneliti lainnya terkhusus pada pembuatan keramik hidroksiapatit dengan metode sintering dingin.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biomaterial

Pada umumnya biomaterial dapat diartikan sebagai material yang melekat di dalam tubuh manusia dan berfungsi sebagai pengganti jaringan organ tubuh yang terkena penyakit ataupun kerusakan pada tulang. Kemajuan di bidang biomaterial telah banyak dilakukan dalam 50 tahun terakhir yang dimana material tersebut digunakan untuk keperluan biomedis yang telah berevolusi melalui tiga generasi seperti generasi pertama (material bioinert), generasi kedua (material bioaktif dan biodegradable) dan generasi ketiga (bahan yang dirancang untuk merespon spesifik ditingkat molekuler) (Navarro et al., 2008).

Biomaterial mempunyai berbagai fungsi dan sifat, seperti pada aplikasi katup jantung, lapisan hidroksiapatite pada implan dan sebagai pendistribusi obat yaitu konstruksi dengan produk *impregnated pharmaceutical* sehingga dapat memperpanjang pendistribusian obat ke dalam tubuh. Karakteristik yang harus dimiliki oleh biomaterial yang akan digunakan sebagai implan tubuh meliputi biokompatibilitas, biofungsionalitas, bioaktif, dan bioinert. Gabungan polimer alam dan sintetik dilakukan untuk memiliki sifat fisik dan mekanik yang baik untuk biomaterial. Selain itu, penambahan hidroksiapatit perlu dilakukan agar biomaterial bersifat bioaktif (Warastuti et al., 2014)

Sifat pada biomaterial yaitu sifat fisik biomaterial sangat penting untuk merespon sel. Ketika sel-sel permukaan biomaterial reaksi kimia fisik antara sel dan biomaterial terjadi, reaksi tersebut dipengaruhi oleh faktor –faktor seperti perilaku sel, sifat permukaan ,biomaterial, dan faktor lingkungan.

Biokompatibilitas biomaterial seperti sebelumnya defined berhubungan dengan organisme tubuh, kemudian benda asing, dan bagian dari keseluruhan, serta tidak menunjukkan tanda-tanda efek berbahaya pada lokus operasinya.

Ekspresi biokompatibilitas memahami berbagai sifat material, seperti toksisitas, kompatibilitas jaringan, kompatibilitas darah (hemokompatibilitas), dan bio-fungsionalitas. Adapun respon tubuh, biomaterial dapat dicirikan sebagai bioactive, bioinert, dan biodegradable, biotolerable.

Bioaktif merupakan bahan yang memiliki ikatan kimiawi dengan jaringan tulang yang ditandai dengan proses osseointegrasi. Melalui proses ini, jaringan tulang terhubung ke bahan yang ditanam dan mendorong pelapisan oleh sel-sel tulang. Bahan yang digunakan dari bioaktif adalah gelas berbasis senyawa kalsium fosfat, hidroksiapatit dan kalsium fosfat dan vitrocereamics.

Bionert adalah bahan yang juga ditoleransi oleh tubuh, tetapi tidak terjadi reaksi kimia antara bahan dan jaringan. Contoh bahan bionert adalah alumina, zirkonia, titanium, paduan dan karbon.

Biodegradable adalah bahan yang terdegradasi, larut atau terserap ketika bersentuhan dengan tubuh untuk jangka waktu tertentu. Pengaplikasiannya menarik tidak diperlukan operasi lebih lanjut untuk penarikan implan.

Biotolerable adalah cara yang ditoleransi oleh tubuh, dipisahkan dari jaringan host oleh pembentukan yang dirancang. Pembentukan yang dirancang di jaringan fibrosa lapisan ini diinduksi oleh pelepasan senyawa kimia, ion, produksi korosi, dan lainnya yang dihasilkan dari material yang didapat adalah material polimer sintetik dan sebagian besar logam.

Berbagai macam biomaterial antara lain biomaterial keramik, biomaterial polimer, biomaterial komposit, dan biomaterial logam. Biokeramik mempunyai kekurangan, yaitu sangat rapuh, kekuatan yang rendah dan seringkali dipandang lemah. Selain itu biokeramik juga dapat digunakan untuk melapisi biomaterial logam dan struktur keramik juga dapat dimodifikasi dengan tulang alami dengan tingkat porositas yang beragam.

2.1.1 Biomaterial Keramik (Biokeramik)

Sifat-sifat pada biokeramik hidroksiapatit yang berpori (HA) dihasilkan oleh perlakuan panas (anil) tulang sapi yang dievaluasi pada suhu antara 400°C dan 1200°C (Ooi et al., 2007). Biokeramik merupakan material logam dan non

logam yang memiliki ikatan atom ionik atau ikatan ionik dan ikatan kovalen. Untuk sifat biokeramik antara lain tidak beracun, tidak mengandung zat karsinogenik, tidak menyebabkan alergi, tidak menyebabkan radang, memiliki biokompatibilitas yang baik dan tahan lama.

Salah satu bahan biokeramik yang sering digunakan adalah hidroksiapatit sintetik $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ yang dalam aplikasi biomedisnya sebagai bahan terapi substitusi tulang atau bone graft.

Tabel 1 Keramik yang digunakan dalam bidang kedokteran

Tipe	Keramik	Unsur
Boinert	Alumina Zirconia	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{ZrO}_2$
Bioactive	Bioglass Hydroxyapatite (high temperature sintered)	$\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{P}_2\text{O}_3-\text{SiO}-\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
Biodegradable	CarbonateapatiteHydroxiapatite	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{CO}_3)$
	(low temperature sintered)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
	Tricalcium phosphate Solube	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
	calcium aluminate	$\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$

2.1.2 Biomaterial Polimer

Bagian dari biopolimer seperti selulosa dan starch, protein dan petida, serta adalah contoh dari biopolimer yang diproduksi oleh organisme hidup, dimana inut monomernya adalah gula, asam amino dan nukleotida. Selulosa merupakan biopolimer yang mempunyai senyawa organik paling banyak di bumi. Biopolimer juga banyakdigunakan sebagai formulasi dalam bahan obat-obatan hal ini secara umum karena terdapat beberapa alasan yaitu biopolimer memiliki sifat inert sebagai bahan aktif (Schellekens et al., 2012).

2.1.3 Biomaterial Komposit

Biomaterial komposit material pengganti atau tambahan yang cocok seperti di bidang kedokteran gigi meskipun masih terdapat komposit lain yaitu komposit karbon dan komposit polimer yang mempunyai penguat karbon yang dapat digunakan pada perbaikan tulang dan sendi karena mempunyai sifat modulus elastis. Material komposit sangat banyak digunakan untuk prosthetic limbs (tungkai buatan) sehingga material ini cocok untuk aplikasinya.

2.1.4 Biomaterial Logam

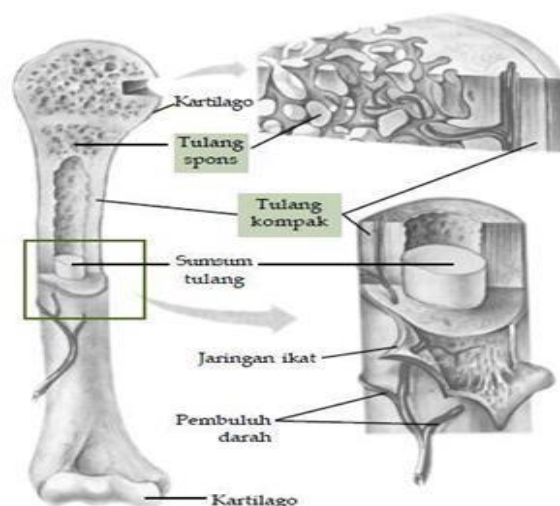
Penelitian dengan bahan biomaterial logam yang banyak dikembangkan adalah biomaterial logam mampu luruh. Biomaterial logam mampu luruh merupakan suatu logam yang dimasukkan ke dalam jaringan organ tubuh yang mampu merubah secara alami karena keberadaannya tidak diperlukan secara permanen dalam tubuh, contohnya seperti stent jantung. Logam banyak digunakan secara baik untuk pengganti implan tulang yang mendapat pembebanan seperti di pinggul dan lutut berbentuk kawat, pin, sekrup dan pelat. Logam juga dipakai dalam katup jantung buatan dan pegangan pembuluh darah yang menyebabkan alat pacu jantung. Logam murni sering kali digunakan biomaterial tetapi banyak juga memakai paduan untuk memperbaiki sifat dari logam murni (Respati, 2010).

Tabel 2 Sifat Mekanik Biomaterial Logam

Material	Modulus Young (GPa)	Kekuatan Luluh (MPa)	Kekuatan Tarik (MPa)	Batas Fatigue (MPa)
Stainless steel	190	221-1213	586-1351	241-820
Co-Cr alloy	210-253	448-1606	655-1896	207-950
Titanium (Ti)	110	485	760	300
Ti-6Al-4V	116	896-1034	965-1103	620
Critical Bone	15-30	30-70	70-150	

2.2 Tulang Sapi

Tulang xenogenik berasal dari sapi dan mudah ditemukan, biaya penggunaannya biasanya lebih rendah dan tersedia dalam persediaannya tak terbatas. Tulang sapi tersusun dari komponen organik dan anorganik seperti pada gambar 1 (Ooi et al., 2007). Pemanfaatan tulang sapi banyak digunakan sebagai bahan dasar pembuatan hidroksiapatit karena mempunyai fungsi tinggi. Tulang sapi memiliki sifat keras, kuat dan kaku. Tulang sapi yang banyak digunakan biasanya pada bagian tulang paha seperti pada gambar 1.



Gambar 1 Tulang Femur

Pada Tulang sapi, struktur yang dimiliki hampir sama dengan tulang manusia dan memiliki karakteristik mekanik, oleh karena itu tulang sapi digunakan peneliti sebagai pengganti tulang pada manusia. Selain itu tulang sapi memiliki penampang tulang yang cukup besar dan mudah diperoleh sehingga dalam pengambilan spesimen lebih mudah.

Tulang sapi yang diletakkan pada suhu 600°C hingga 1000°C membentuk hidroksiapatit murni dan kristalinitas dari HA meningkat dengan adanya kenaikan temperatur panas serta hilangnya unsur organik pada tulang. Pada suhu 1100°C hingga 1200°C sebagian kecil B-TCP menunjukkan dekomposisi parsial dari hidroksiapatit. Pemanasan tulang pada temperatur 700°C menghasilkan struktur sponge dari tulang, yang memiliki jaringan pori yang saling berhubungan (Ooi et al., 2007).

2.3 Hidroksiapatit

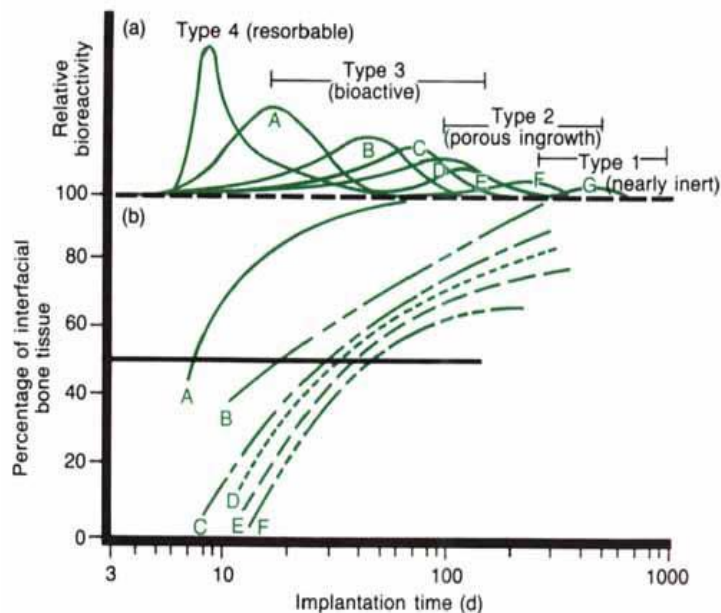
Salah satu material baru yang berkembang adalah hidroksiapatit. Hidroksiapatit merupakan senyawa kalsium fosfat yang merupakan komponen organik utama dari tulang dan gigi yang mempunyai sifat dapat berikatan dengan keramik. Keramik bioaktif ini berpotensi digunakan sebagai pelapis dalam implantasi komposit yang sudah luas penggunaannya pada reparasi tulang seperti pelapis logam untuk meningkatkan sifat biologi dan mekanik. Terdapat dua sumber utama serbuk HA yaitu dari material sintetik secara kimia dan dari sumber biologi alami.

Hidroksiapatit dapat disintesis melalui berbagai metode, seperti pengendapan kimia basah, pengendapan basah, pengendapan biomimetik rute sol-gel (pengendapan kimia-basah) atau elektrodeposisi. Hidroksiapatit dari tulang sapi memiliki komposisi Ca, P, O, H, Na dan Mg yang merupakan zat anorganik, dimana senyawa apatit mineral adalah gabungan dari reaksi kimia unsur-unsur Ca, P, O, H sedangkan Na dan Mg merupakan komponen dari zat

anorganik penyusun tulang sapi dengan suhu titik lebur sapi sebesar 1227°K . Berbagai jenis bahan bioceramic seperti alumina (Al_2O_3), zirkonia (ZrO_2), tricalcium fosfat (TCP), hidroksiapatit (HA), bioaktif.

Hidroksiapatit dengan formula kimia $\text{Ca}(\text{PO})_3(\text{OH})$ adalah satu keramik yang biokompatibel, karena secara kimia dan fisik kandungan mineralnya sama tulang manusia dan gigi. Hidroksiapatit mempunyai sifat-sifat kimia yang penting diantaranya biokompatibel, bioaktif, dan bioresorbable. Keramik bioaktif adalah keramik yang reaktif terhadap permukaan dan langsung melekat pada ikatan kimia dengan tulang dan melalui fiksasi bioaktif (Adi & Asmi, 2014).

Salah satu sifat kimia dari bioresorbable, komplikasi dalam pengembangan dari biokeramik resorbable adalah pemeliharaan kekuatan dan stabilitas antar muka selama periode degradasi dan mengganti jaringan host alam dan tingkat resorpsi untuk tingkat perbaikan jaringan tubuh. Contoh keberhasilan polimer bioresorbable seperti:



Gambar 2 Spektrum bioaktivitas untuk berbagai implan biokeramik

Pada gambar 2 dapat dilihat (a) laju relative bioreaktivitas dan (b) ketergantungan waktu pembentukan ikatan tulang pada implant. Perlakuan sintering serbuk hidroksiapatit nanokristalin (HA) tersintesis dalam hal stabilitas fasa dan sifat mekanik. Metode presipitasi kimia zat basah berhasil digunakan untuk mensintesis bubuk HA dengan kemurnian tinggi dan fase tunggal. Kemudian dibentuk, bedak padat HA telah disinter pada kisaran suhu 1000°C hingga 1300°C (Ramesh et al., 2011).

konsekuensi dari mempekerjakan kombinasi yang berbeda dari suhu T 1 dan T 2 belum menjadibenardijelaskan. Kompak hidroksiapatit (HA) biasanya disinter oleh sintering konvensional (CS) metode dalam satu langkah di T 1 dari 900°C - 1400°C (Ramesh et al., 2011).

BiokompatibilitasMungkin salah satu properti paling penting dari HA adalah kemampuannya untuk membentuk tidak bisa dibedakan serikat pekerja dengan tulang terikat secara kimiawi. Karena bioaktifnya alam, HA mampu berintegrasi dengan struktur tulang dan mendukung pertumbuhan tulang tanpa larut (Jayaswal et al., 2010).

Sinterabilitas dan kekuatan benda padat sangat beergantung pada sifat bubuk HA awal. Berbagai teknik telah digunakan untuk pembuatan bubuk HA termasuk metode basah dan reaksi solid state. Karakteristik serbuk HA yang dihasilkan sering kali ditunjukkan dalam literatur yang dipengaruhi oleh kondisi sintesis seperti pH, masa bubuk, waktu sintesis, dll.

Penerapan HA pada sifat mekanik HA memiliki sifat mekanis yang relatif buruk dibandingkan dengan yang biasa digunakan biokeramik lainnya. Disebabkan oleh sifat yang rapuh, aplikasi pada bantalan beban sebagian besar dibatasi dimana HA tidak sesuai untuk mempertahankan muatan besar dalam durasi waktu yang lama. Dilihat dari kekurangannya, HA menunjukkan sifat mekanik yang paling dekat dengan tulang manusia seperti modulus young. Prilaku perisai stres pada tulang yang kemungkinan besar akan terjadi alumina (Al_2O_3) atau zirkonia (ZrO_2) karena modulus yang tinggi Young (kekakuan) mencagah tulang agar tidak dimuat dengan benar mengarah pada hilangnya atrofi dari masalah tulang kortikal.

Biokompatibilitas merupakan salah satu properti paling penting dari HA adalah kemampuannya untuk membentuk tidak biasa dibedakan dengan tulang terikat secara kimiawi. Karena bioaktif dari alam, HA mampu berintegrasi dengan struktur tulang dan mendukung pertumbuhan tulang tanpa larut (Jayaswal et al., 2010).

2.4 Cold Sintering (Sintering Dingin)

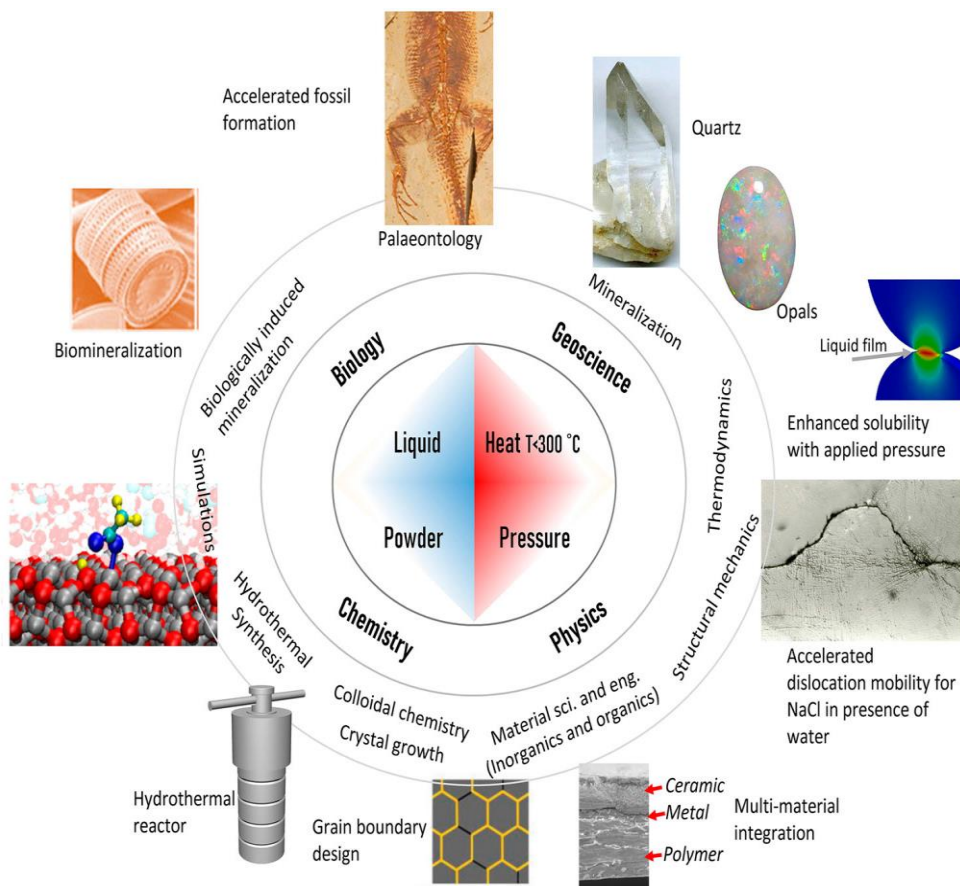
Cold sintering adalah teknik pengolahan suhu yang inovatif memungkinkan konsolidasi beberapa keramik. Penelitian yang baru ini dilakukan pada sintering dingin keramik fungsional dan struktural. Sebuah studi analitik akuntansi untuk konsolidasi dan fenomena (Grasso et al., 2020).

Cold sintering membutuhkan dua fase yaitu fase bubuk induk dan fase transportasi, dimana fase bubuk berfungsi untuk membentuk bahan keramik sedangkan fase transportasi sebagai penyedia fasilitas pada perpindahan massa dari partikel asli. Kemudian sebagian besar contoh menggunakan fase cair yang berupa air, pelarut organik atau alkohol. Sebagian besar keramik disiapkan menggunakan komponen pembentuk hijau, diturunkan oleh pembakaran dimana hal tersebut merupakan proses yang melibatkan suhu seperti biasanya diatas 1000 ° C. Karena itu, keramik memiliki energi yang terkandung lebih tinggi energi dihamburkan untuk membuat 1 kg bahan yang dapat digunakan, dibandingkan dengan polimer atau logam.

Cold sintering juga merupakan proses suhu rendah yang tidak biasa yang menggunakan fase transpor transien, yang paling sering berupa cairan, dan gaya uniaksial terapan untuk membantu densifikasi *compact powder*. Dengan menggunakan pendekatan ini, banyak serbuk keramik dapat diubah menjadi berdensitas tinggi pada suhu jauh dibawah titik leleh (Funahashi et al., 2017).

Kebutuhan untuk mengurangi energi yang dikonsumsi dan jejak karbon yang dihasilkan oleh pembakaran keramik telah memberikan ide untuk mengembangkan teknik konsolidasi yang beroperasi pada tingkat yang lebih

rendah suhu, idealnya tidak melebihi 300 ° C. Pada hal ini telah diwujudkan dalam Energi Ultra Rendah Sintering (ULES) menggunakan tekanan tinggi (ratusan MPa) dengan adanya cairan transien fase, yang mempercepat plastisitas, batas butir atau difusi permukaan dan transportasi massa (Grasso et al., 2020). Beberapa teknik konsolidasi untuk pepadatan bubuk pada suhu kamar. Hal ini mencakup kompleksitas fenomena terjadi di bawah *Ultra Low Energy Sintering* (ULES), geologi `modinamika larutan cairan, metalurgi atau plastisitas, pertumbuhan kristal hidrotermal dan biomineralisasi sebagai terdapat pada gambar 3.



Gambar 3 Cabang ilmu yang mendasari *Ultra Low Energy Sintering* (ULES)

Kombinasi dari empat komponen: cairan, bubuk, panas dan tekanan, membutuhkan pendekatan multi-disiplin yang mencakup fisika, kimia, geosains dan biologi. Basis pengetahuan sinergis, dibangun dari a berbagai

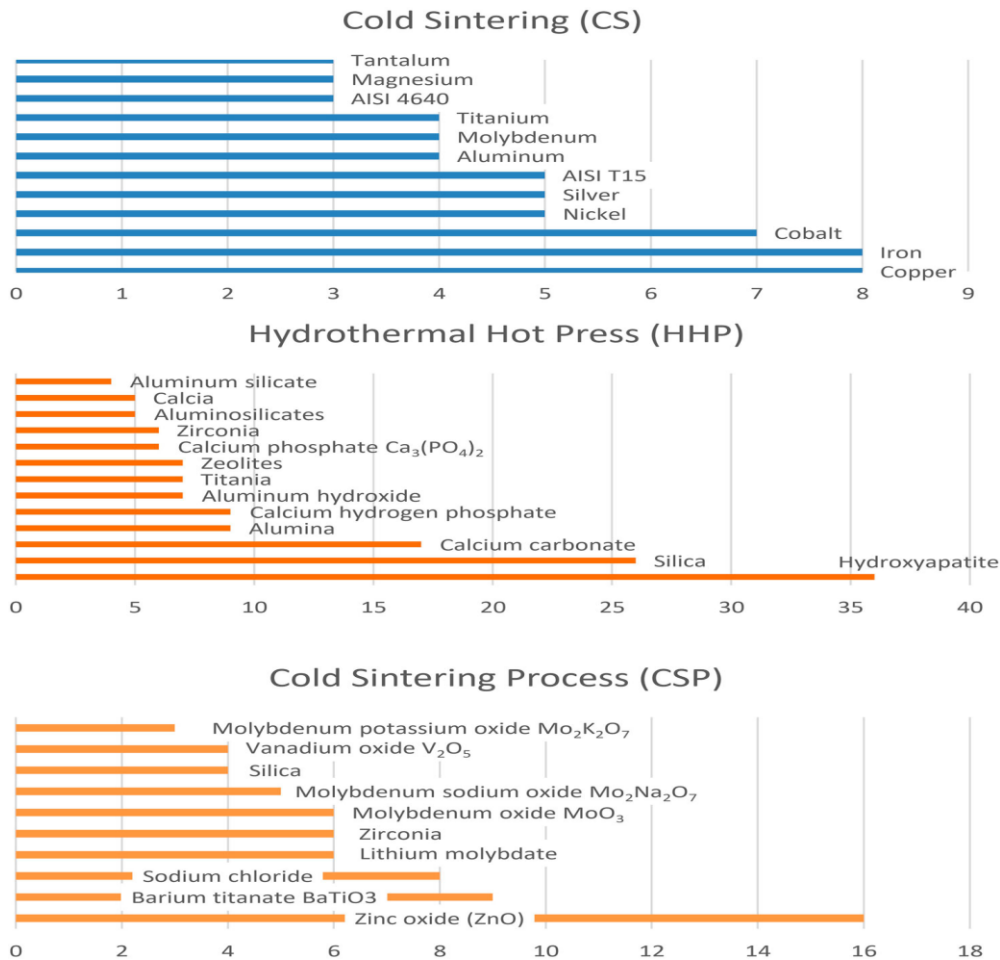
disiplin ilmu, mulai dari ilmu material dan teknik untuk paleontologi, dapat membantu pemahaman ini teknik untuk mendukung dampak teknologi dan ilmiah mereka.

Dalam kehidupan sehari-hari banyak yang dapat diambil contohnya bahan anorganik yang terbentuk di ruangan suhu tanpa perlu panas tambahan. Ini bantuan sedimen yang diproduksi oleh lithifikasi (secara harfiah, proses mengubah partikel menjadi batu), stalaktit dari pengendapan mineral dari air mineral yang menetes melalui langit-langit gua, tulang / gigi dari biomineralisasi, konstruksi bangunan dari semen dan spikula dari polikondensasi silikat asam (Grasso et al., 2020).

Proses cold sintering telah menunjukkan potensi antara kesenjangan pemrosesan perangkat multimaterial seperti (sensor, baterai, antena 5G, komponen elektronik dan biomaterial), memungkinkan integrasi polimer, keramik dan logam tanpa degradasi individu komponen baik di tingkat massal ataupun langsung. Tidak adanya pemanasan membuka gandum desain batas ke tingkat yang belum pernah terjadi sebelumnya, menawarkan tingkat kebebasan lebih lanjut dalam penyetelan sifat fungsional.

Penelitian eksponensial ke dalam ULES digunakan untuk mendukung pengembangan berbagai bahan fungsional seperti segitiga pemrosesan-struktur mikro-properti. Sifat material dapat disesuaikan pada tingkat batas butir dengan mengidentifikasi cairan yang sesuai dengan komposisi kimia, mobilitas batas butir dan tingkat kristalisasi. Produksi massal keramik menggunakan ULES diharapkan dapat memberikan terobosan yang signifikan dalam membangun rute manufaktur yang lebih hijau, ke bahan dan aplikasi baru (Grasso et al., 2020).

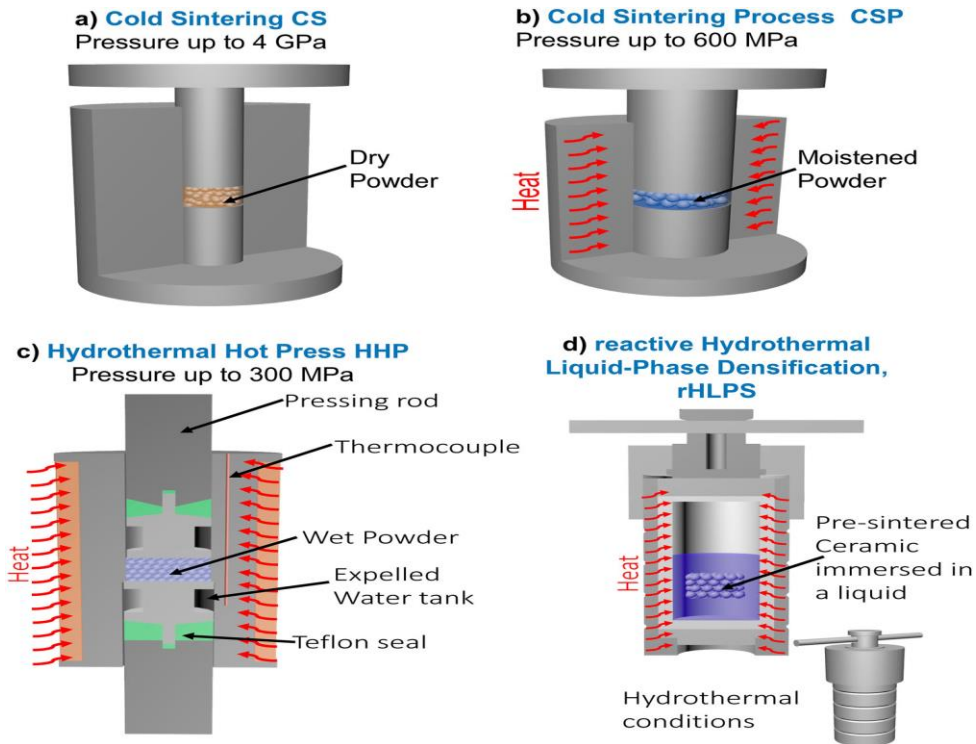
Efisiensi reaksi Hydrothermal Hot Pressing (HHP) dan Cold Sintering Process (CSP) terkait dengan batas kelarutan dan kinetika pembubaran. Bentuk alotropik yang berbeda dapat memiliki batas kelarutan yang berbeda, seperti untuk amorphoussilica dan ini juga sangat mempengaruhi kinetika pelarutan - untuk keadaan, nilai yang lebih rendah dari solusi Polimer dari larutan di banyak negara. Dan juga, ukuran partikel meningkatkan kecepatan reaksi, karena koefisien k berbanding lurus dengan luas permukaan partikel padat.



Gambar 4 Kumulatif jumlah makalah dari bahan khusus diproses menggunakan CS, HHP and CSP

Lebih dari 50 bahan telah diproses menggunakan CSP. Mempertimbangkan komposisi kimia yang disajikan dalam gambar 4 dan kombinasinya (logam/ keramik dan organik/keramik) daftar bahan yang dapat diproses oleh ULES dapat menjadi tidak ada habisnya (Grasso et al., 2020).

Teori sintering diterapkan pada ULES Perlu diingat bahwa sintering dikendalikan oleh faktor termodinamika (kekuatan pendorong) dan oleh faktor kinetik (mobilitas atom). Daya yang berkembang ini termasuk dalam potensi kimia dari atom yang diinduksi oleh tingkat tekanan pada struktur leher, bahan penggerak ke permukaan leher. Dalam sintering konvensional, gradien tekanan ini disebabkan oleh tegangan permukaan dan kelengkungan. Dalam ULES, HHP dan CSP. penerapan tekanan eksternal selama konsolidasi suhu kamar memiliki efek meningkatkan kekuatan pendorong ini.



Gambar 5 Pengaturan eksperimental yang digunakan untuk ULES

2.4.1 Mekanisme Sintering

Dalam sintesis mekanisme yang berlangsung selama CSP atau HHP, mereka tidak terbatas pada proses disolusi / presipitasi kembali melalui fase cair. Mereka diharapkan bervariasi dan tergantung pada interaksi antara pelarut dan bahan yang akan disinter. Mekanisme ini dapat melibatkan:

Massa jenis didefinisikan sebagai massa per satuan volume, menggunakan simbol ρ . Pada mekanika fluida massa jenis adalah parameter berpengaruh terhadap perhitungan bilangan *Reynolds*. Persamaannya dapat dituliskan sebagai berikut :

1. Pelumasan berbantuan cairan. Kehadiran air memfasilitasi geser, rotasi, dan penataan ulang butir. Ini diharapkan terjadi pada bagian awal sintering dan mewakili fitur kunci dari setiap proses LPS. Namun, mekanisme ini hanya memiliki efek meningkatkan kepadatan awal

compact dan tidak menghasilkan sintering nyata dengan pembentukan leher.

2. Pembentukan fase kedua yang tebal pada permukaan bubuk. Pembentukan fase kedua terhidrasi (atau reaksi dengan cairan lain) pada permukaan partikel menyebabkan sintering aliran plastik di bawah pengaruh tekanan eksternal. Senyawa terhidrasi biasanya memiliki tekanan aliran plastik yang relatif rendah. Namun, untuk mencapai tingkat kepekaan tinggi, lapisan terhidrasi harus cukup tebal untuk mengakomodasi deformasi sintering. Faktor lain yang tidak diduga mempengaruhi pembentukan hidroksida adalah morfologinya, kelarutannya dan permeabilitasnya oleh air.
3. Pembentukan gangguan oleh reaksi air-material. Cacat kisi dapat dibentuk oleh interaksi antara air dan material pada permukaan partikel. Saat proses sintering berlangsung, dan permukaan dikonversi menjadi batas butir, cacat diperkirakan akan terkonsentrasi di wilayah ini. Cacat mungkin memengaruhi perbedaan batas butir lokal dan tekanan aliran plastik. Peran penting dari mekanisme densifikasi tersebut juga dikonfirmasi oleh pengukuran densitas kationratev non-linear, yang merupakan pertanda tekanan, yang tidak dapat dipertanggungjawabkan oleh LPS, tetapi sebaliknya konsisten dengan deformasi plastis. Kehadiran batas butir 'khusus' di CSPed ZnO juga didukung oleh (Funahashi et al., 2017) yang mengamati kinetika pertumbuhan biji-bijian yang tak terduga hanya pada 305°C Grain coarsening sangat dipercepat dalam CSP dan diatur oleh energi aktivasi yang sangat rendah: 43 kJ mol^{-1} , bukannya $\sim 200 \text{ kJ mol}^{-1}$ untuk sintering konvensional. Meskipun ini merupakan perkiraan yang sangat kasar (tidak memperhitungkan konstanta praeksponensial yang berbeda), ia menyarankan bahwa distribusi melalui batas butir yang diaktifkan selama CSP. Jika seseorang juga mengasumsikan penurunan serupa di aktivasi energyfordi all

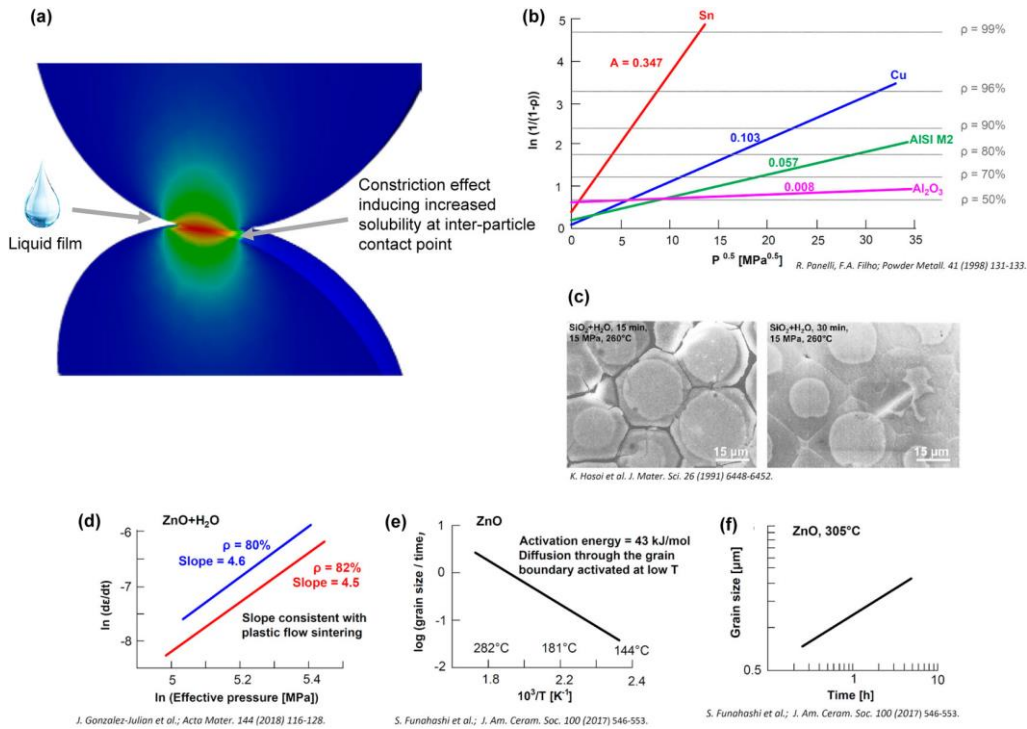
usionparalleltothegrain batas, maka, bahkan lebih mungkin bahwa sintering berbasis batas butir diaktivasi selama CSP ZnO.

4. Gerakan dislokasi berbantuan cairan dan rekristalisasi. Deformasi plastis oleh gerakan dislokasi tampaknya memiliki efek dominan pada beberapa alkali halida di hadapan air sebagaimana juga dikonfirmasi oleh Kingertal.
5. Modifikasi bentuk pori berbantuan fase cair. Air diperkirakan menumpuk di porositas. Di sana ia mempercepat pengangkutan massa dari permukaan pori yang cembung ke cekung (sehingga meningkatkan pertumbuhan leher). Akan tetapi, jenis transportasi ini tidak menghasilkan perekatan, karena volume total pori tidak berubah.

Fenomena lain terjadi di luar sintering dalam CSP dan HHP, terutama jika beban air cukup tinggi untuk menghasilkan suspensi keramik pada tahap awal proses ini terkait dengan Suhu dan tekanan ULES diharapkan akan meningkatkan kelarutan keramik, sehingga mempercepat fenomena transportasi massal seperti dalam pertumbuhan kristal hidrotermal.

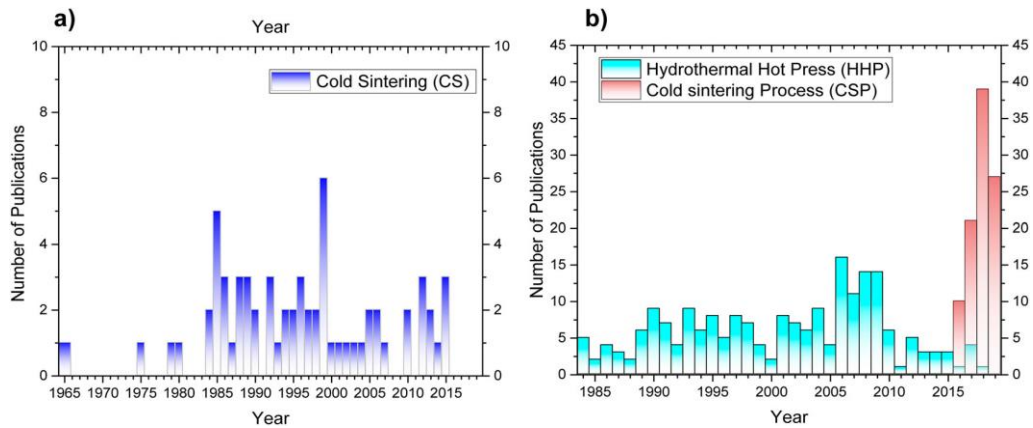
Mekanisme sintering yang menerima ULES, Pada skala ukuran atom dan partikel adalah subjek dari debate berkelanjutan. Mekanisme-mekanisme yang mengarah pada pepadatan serbuk logam selama pengepresan dingin dalam Cold Sintering sudah cukup terlihat. Menggunakan hidroksilasi selama CSP dengan adanya larutan asam asetat, yang menghasilkan kompleks permukaan, mempercepat penyebaran permukaan dengan urutan besarnya (Grasso et al., 2020).

Gambaran umum dari mekanisme sintering yang mungkin aktif selama konsolidasi suhu kamar dekat disajikan pada gambar 2.6. Densifikasi membutuhkan aliran atom dari dekomposisi awal, oleh karena itu, diperlukan transportasi masfransportfenomen yang dapat diaktifkan.



Gambar 6 Gambaran umum mekanisme konsolidasi suhu kamar dalam logam dan keramik

Gambaran umum dari mekanisme sintering yang mungkin aktif selama konsolidasi (a) Kontak antara dua partikel sintering menunjukkan peningkatan tekanan pada titik kontak yang mungkin berkontribusi pada peningkatan kelarutan di leher selama *Ultra Low Energy Sintering* (ULES); (B) Penerapan persamaan Pannelli dan Filho diterapkan pada beberapa bahan kering ditekan; (c) pembentukan lapisan terhidrasi selama HHP silika ((d) kinetika sintering selama CSP ZnO menunjukkan sintering aliran plastik (e) dan (f) kinetika pertumbuhan butir dalam ZnO selama CSP, menunjukkan bahwa dimensi batas butir diaktifkan bahkan pada suhu rendah).



Gambar 7 Jumlah publikasi *Ultra Low Energy Sintering* (ULES) per tahun, per Juni 2019 (a) dalam kondisi kering menggunakan CS; (b) dengan adanya cairan menggunakan HHP dan CSP

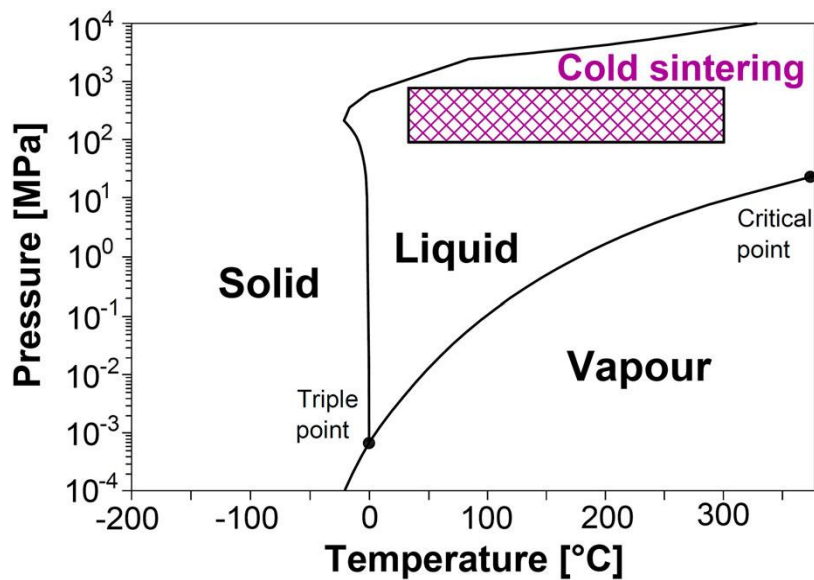
2.4.2 Tahap *Cold Sintering*

Pada *Cold Sintering Process* suhu biasanya di atas titik didih air. Namun, dengan asumsi ruang tertutup rapat, air dapat dipertahankan sebagai cairan pada suhu melebihi $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ secara termal distabilkan oleh tekanan yang diberikan seperti yang ditunjukkan dalam diagram fase pada Gambar 2.8. Sementara sebagian besar proses *Cold Sintering* menggunakan air sebagai fase cair, analisis kami bersifat umum dan dapat diterapkan pada cairan / larutan apa pun.

Cold Sintering dapat dibagi menjadi dua tahap tergantung pada pengaturan partikel dalam fase cair (Grasso et al., 2020). Selama *Cold Sintering* tahap I bubuk tidak membentuk kerangka yang kaku. Dengan kata lain, Tahap I terjadi sampai partikel padat melakukan 'kontak' dan membentuk jaringan padat kontinu. Tahap I tidak selalu terdapat *Cold Sintering* tergantung pada apakah fraksi volume cairan awal melebihi porositas *green body*.

Sebuah representasi skematis dari different fenomena mengambil tempat selama CS dilaporkan dalam Gambar 3 dan 4 untuk tekanan yang dibantu sintering isostatic dan uniaksial. Selama Tahap I, penerapan tekanan ke media cair menghasilkan kompresi isostatik dari partikel (terlepas dari apakah tekanan diterapkan dengan pers uniaksial atau isotaktik). Selama Tahap I

empat fenomena utama terjadi: (i) bahan tersebut secara parsial dilarutkan dalam cairan, (ii) pematangan Ostwald terjadi (mengarah ke peningkatan ukuran partikel rata-rata), (iii) fenomena rekristalisasi dapat terjadi (mengarah ke pembentukan kristal baru atau fase baru dari cairan), dan (iv) sampel mulai mengering. UCS dan ICC ditandai dengan secara substansial different proses pengeringan. Dalam yang pertama, pengeringan terjadi selama.



Gambar 8 Kondisi sintering dingin dalam gram fase air (tekanan / suhu dengan asumsi ruang tertutup rapat seperti dalam kasus hot press hidrotermal).

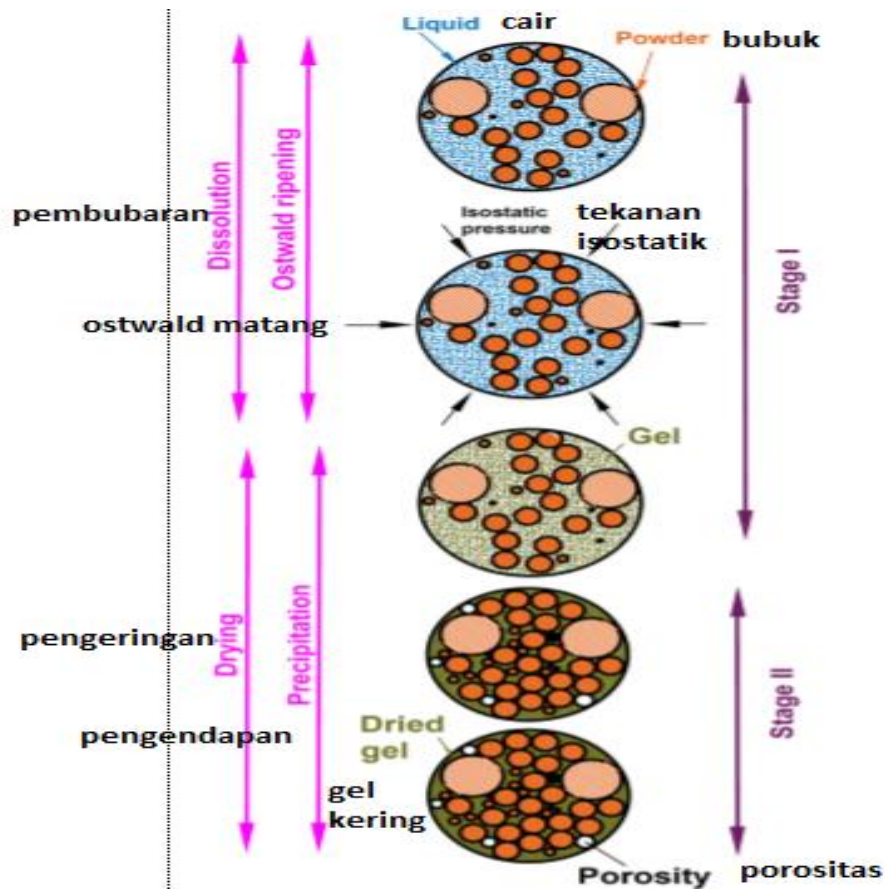
Proses Sintering Dingin (CSP) (Guo et al 2019) adalah metode konsolidasi suhu rendah yang dikembangkan untuk keramik yang menggunakan tekanan uniaksial, selanjutnya juga disebut Uniaxial Cold Sintering (UCS). Terlepas dari keuntungan yang jelas dalam hal pengurangan konsumsi energi, CSP memungkinkan produksi bahan dan komposit unik yang tidak dapat dibuat dengan teknik lain. Kemungkinan untuk mengintegrasikan keramik dengan bahan organik.

Cold Sintering Process merupakan proses sintering fase cair dengan bantuan tekanan, di mana fase cair transien umumnya mengandung air . Konsolidasi dilakukan antara suhu kamar dan 200 ° C, di atas titik didih cairan

(yaitu hingga 300 ° C dalam air) Tekanan yang digunakan, secara umum, dalam urutan beberapa ratus MPa. Densifikasi selama CSP diperkirakan didorong oleh proses disolusi dan presipitasi kembali yang dapat digabungkan dengan fenomena lain seperti pematangan Ostwald dan rekristalisasi.

Dua jenis disolusi terjadi pada keramik yaitu disolusi kongruen dan inkongruen. Dalam hal pertama, komposisi dari padatan tetap tidak terpengaruh sebagai bahan terlarut memiliki stoikiometri yang sama dari fase induk. Hasil pembubaran kongruen bukan dalam bahan yang memiliki di sebuah stoikiometri yang berbeda /-komponen sition bila dibandingkan dengan fase induk. Yang terakhir adalah kasus untuk banyak mineral (misalnya pembentukan kaolinit dari ortoklas atau gibbsite dari albite) dan perovskit (misalnya BaTiO₃ melepaskan Ba²⁺ dalam larutan sehingga membentuk lapisan tipis amorf pada permukaannya TiO₂) (Funahashi et al., 2017). Selama CSP, pembubaran kongruen diperoleh 'in-situ' dengan menekan di bubuk air cair. Sedangkan bahan yang menunjukkan pembubaran tidak konsisten adalah CSPed menambahkan 'ex-situ' solusi terkonsentrasi disiapkan (Gambar 1), misalnya penambahan Ba (OH)₂ larutandiperkaya dengan TiO₂ nanopartikel dalam kasus CSPed BaTiO₃ (Funahashi et al., 2017).

Banyak keramik larut secara tidak teratur Namun, sebagian besar CSPed, menyerupai sistem model, ditandai dengan pembubaran kongruen. Terlepas dari beberapa larities Serupa dengan perawatan hidrotermal, CSP menemukan beberapa analogi dengan proses yang terjadi di alam.



Gambar 9 Skematis dari penekanan Isostatic Cold Consolidation (ICC) diikuti oleh pengeringan tanpa tekanan

Efek fisik dan tahap digambarkan di sisi kiri dan kanan gambar masing-masing (baik ICC dan UCS). Jika tekanan dipertahankan selama Tahap II (yaitu UCS), fenomena keempat juga berlangsung: (iv) sintering, terkait dengan port trans massa dan bentuk partikel modifikasi.

Seluruh Tahap I, dengan penguapan yang terjadi melalui celah (clearance) antara pukulan dan mati. Sebaliknya, dalam pengeringan ICC dimulai hanya setelah sampel telah dihapus dari pers isostatik, sehingga pengeringan tidak terjadi sama sekali selama Tahap I. Setelah dihapus dari pers, sampel keringkan dalam kondisi sekitar atau di ruang lingkungan (cairan menguap di permukaan sampel).

Tahap II terjadi di ICC dan UCS dan dimulai ketika partikel padat melakukan kontak membentuk kerangka yang kaku. Secara umum, tekanan

eksternal dipertahankan selama Tahap II; Namun, proses di mana tekanan dilepaskan juga ada (misalnya ICC). Tergantung pada apakah atau tidak tekanan dipertahankan, diperoleh struktur mikro yang berbeda. Selama CSP Tahap II, tiga fenomena utama yang menarik: (i) penataan ulang partikel karena adanya cairan (analog dengan semua proses sintering fase cair), (ii) penguapan pelarut dan (iii) pengendapan padat dari super-saturated solusi (jenuh yang dicapai karena pelepasan tekanan, ICC, atau dengan penguapan pelarut).

2.4.3 Pengaruh Temperatur Sintering

Faktor penting lain yang mempengaruhi Cold Sintering adalah bagaimana proses pengendapan berlangsung dari larutan jenuh super. Jika bahan dalam larutan terikat secara kimiawi dengan air (misalnya hidroksida, spesies terhidrasi) pengendapan terjadi melalui pembentukan dan dehidrasi gel. Sebagai contoh ini adalah kasus untuk silika, yang membentuk asam silikat ketika dilarutkan dalam air ($\text{SiO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Si}(\text{OH})_4$). Proses presipitasi sangat analog dengan polikondensasi, di mana hilangnya air menyebabkan pembentukan bridging oxygens.

Jika bahan dalam larutan adalah elektrolit (klorida, nitrat dan zat lain yang bila dilarutkan dalam air atau pelarut polar membentuk anion dan kation yang terpisah), presipitasi terjadi langsung pada kristal yang sudah ada sebelumnya atau melalui pembentukan.

2.5 Hydrothermal Sintering

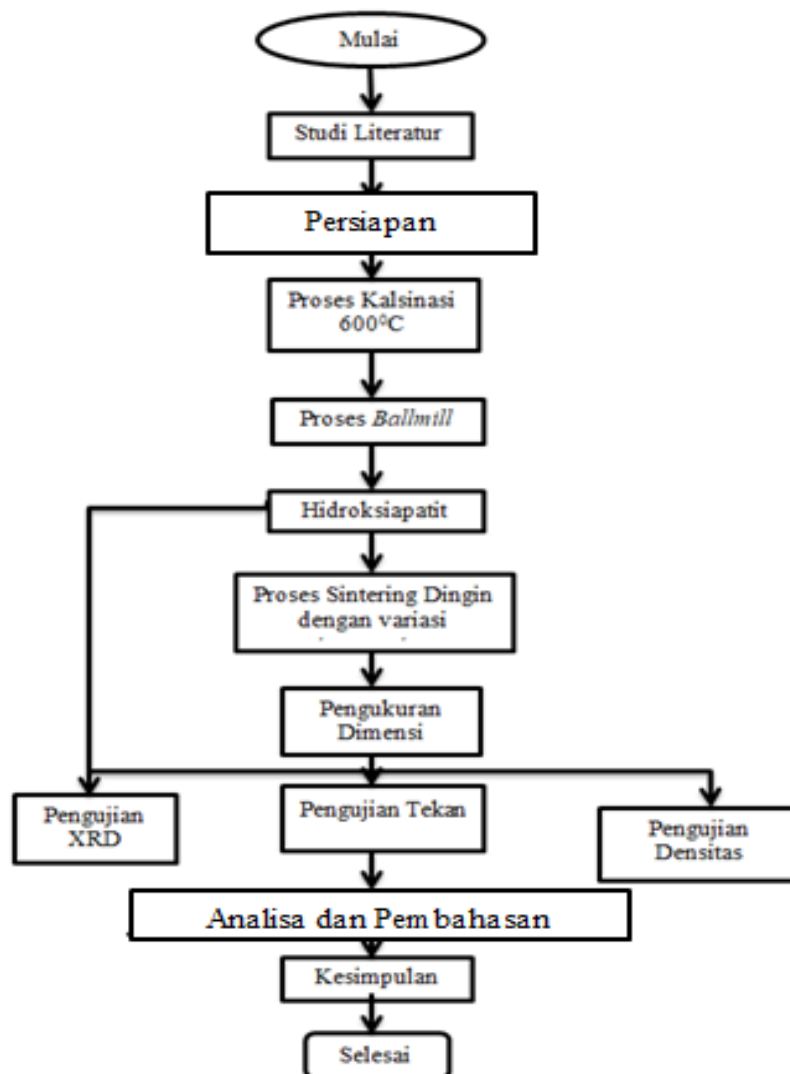
Hydrothermal sintering Awalnya dikembangkan pada 1980-an untuk sintering suhu rendah dari bahan keramik oleh kelompok Yamasaki, sintering hidrotermal diizinkan untuk densifikasi bahan tahan api seperti silika, hidroksiapatit, anatase, dan kalsium karbonat (25-28). Pada saat itu, densifikasi

terbatas pada nilai sekitar 80% dari nilai teoritis. Proses ini baru-baru ini diselidiki ulang, terutama untuk densifikasi silika, dan kemungkinan mencapai 98% kepadatan di kuarsa dikonfirmasi (29, 30). Sintering hidrotermal memiliki kemiripan dengan sintering dingin, khususnya pada ujung ruang ruang bertekanan tinggi dan berkadar air tinggi.

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Proses penelitian dilakukan dengan tahap-tahap seperti yang ditunjukkan berdasarkan diagram alir pada gambar 10 .



Gambar 10 Diagram Alir

Seperti terdapat pada gambar 10 diagram alir, persiapan dan pembuatan sample dengan metode cold sintering dilakukannya kompaksi pada temperatur 150⁰C, 200⁰C, dan 250⁰C dan dengan melakukan pengujian densitas, pengujian XRD dan pengujian tekan.

3.2 Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan selama proses penelitian ini:

- b. Tulang sapi sebagai Hidroksiapatit
- c. Gerinda
- d. Gerinda mortar dan pestle
- e. Ayakan *mesh* 200(0,074mm)
- f. Ball Milling
- g. Timbangan digital
- h. Electric furnace
- i. Alat kompaksi
- j. Alat uji tekan (Compression Testing Machine)
- k. Alat uji XRD (X-Ray Diffraction)

3.3 Persiapan Bahan Keramik Hidrosiapatit

Dalam tahap pertama proses penelitian ini yang perlu dilakukan adalah mempersiapkan bahan baku sebagai bahan Hidroksiapatit (HA) yang berasal dari tulang sapi yang didapatkan dari rumah makan pindang Tulang yang ada di prabumulih dan restaurant bakso yang ada di plaju. Tulang yang dikumpulkan adalah tulang sapi bagian paha (tulang femur).



Gambar 11 Kumpulan Tulang Sapi

3.4 Prosedur Penelitian

Adapun tahapan yang harus dilakukan pada penelitian ini yaitu persiapan hidroksiapatit sebagai matrix dalam bentuk serbuk.

3.4.1 Persiapan bahan baku pembuatan biomaterial hidroksiapatit



Gambar 12 Tulang sapi yang akan digunakan untuk membuat serbuk hidroksiapatit

1. Persiapkan bahan-bahan dan peralatan yang akan diperlukan dalam pengerjaan pembuatan material Hidroksiapatit yang berupa tulang sapi bagian kaki.
2. Proses membersihkan kaki tulang sapi dari sisa makanan yang menempel dengan cara mencuci dan menyayati dengan sikat kawat agar bersih.



Gambar 13 Membersihkan Tulang Sapi

3. Proses perebusan tulang sapi selama 5 jam untuk membantu membersihkan kandungannya lemaknya yg ada pada tulang, serta memberihkan sumsum dan tendon dengan mudah.



Gambar 14 Perebusan Tulang

4. Selanjutnya proses pengeringan tulang dengan cara dijemur dibawah sinar matahari. Hingga warna tulang sapi menjadi putih kekuningan untuk menghilangkan zat organik serta kadar air sisa perebusan (Kusrini & Sontang, 2012).



Gambar 15 Proses pengeringan untuk mengurangi kadar air sisa perebusan tulang

5. Proses pemotongan ukuran tulang sapi dengan cara di gerinda sampai berbentuk kecil.



Gambar 16 Pemotongan tulang sapi menjadi kecil

6. Proses Kalsinasi

Pada proses ini menggunakan electric furnace selama 2 jam kemudian pada temperatur 600°C . Proses kalsinasi dilakukan guna untuk menguraikan zat organik dan air yang terdapat pada tulang sapi.



Gambar 17 Proses kalsinasi alat Furnace



Gambar 18 Alat furnace untuk kalsinasi

3.5 Pembuatan Hidrosiapatit

1. Menyiapkan tulang sapi yang telah di kalsinasi.
2. Proses Meshing yaitu proses agar ukuran butir serbuk sama rata dan peng homogenan serbuk.



Gambar 19 Proses Penumbukan (HA)

3. Proses penghalusan serbuk hidroksiapatit selama 1 jam menggunakan *ballmilling*.



Gambar 20 *Ball Milling*

4. Mengayak serbuk yang telah di ball milling menggunakan ayakan berukuran 200 mesh



Gambar 21 Ayakan 200 mesh

5. Serbuk yang telah di ayak dan diball milling kemudian ditimbang terlebih dahulu sebanyak 2 gram dan mencetak hasil mixing menggunakan alat kompaksi dengan memberikan tekanan sebesar 600 MPa pada temperatur 150⁰C, 200⁰C, dan 250⁰C dengan cetakan yang telah dibuat sebelumnya. Hasil cetakan didiamkan selama ± 10 menit dibawah tekanan.



Gambar 22 Proses Penimbangan Serbuk



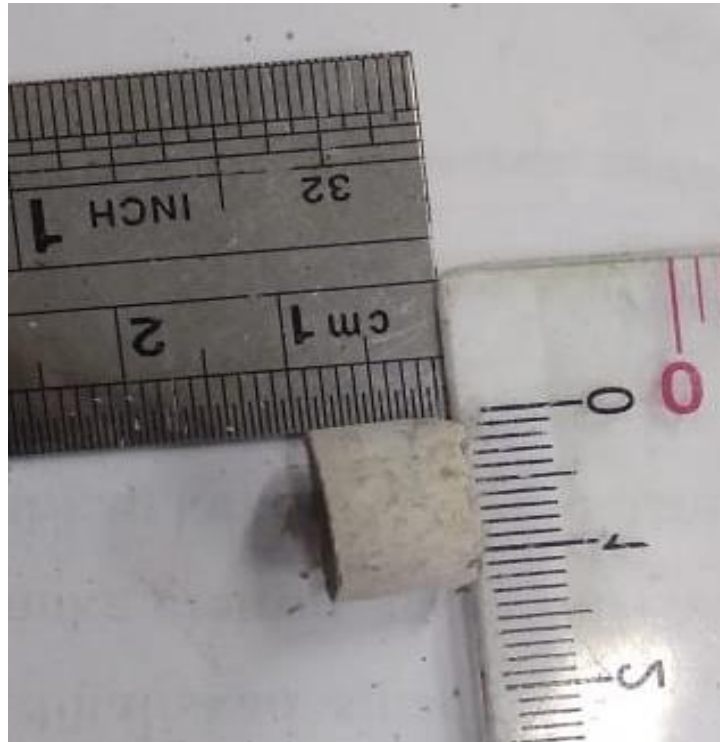
Gambar 23 Alat kompaksi

3.6 Metode Pengujian

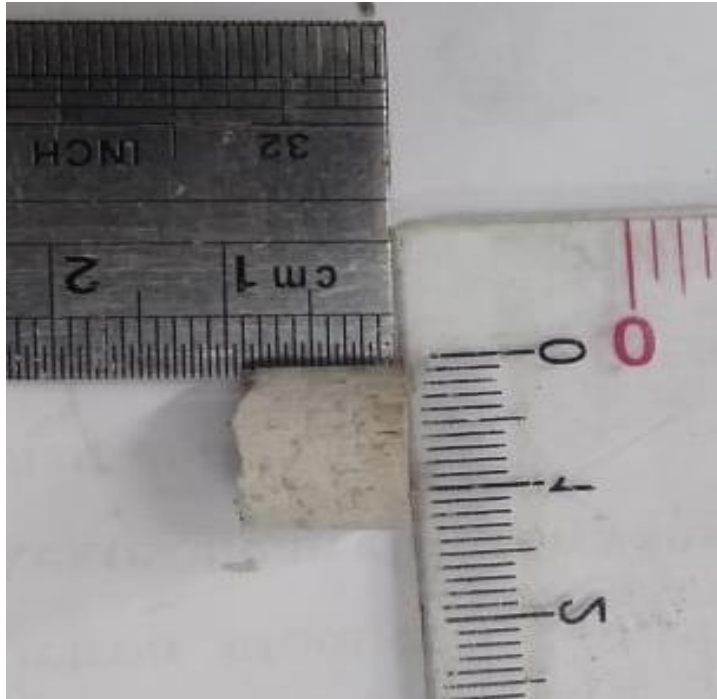
Untuk mengetahui sifat kekuatan mekanik dari biomaterial keramik hidroksiapatit, tulang sapi digunakan sebagai tulang implan biomedik, metode pengujian yang dilakukan penulis adalah dengan menggunakan pengujian densitas, pengujian tekan dan pengujian X-Ray Diffraction (XRD).



Gambar 24 Spesimen yang telah dikompaksi pada suhu 150°C



Gambar 25 Spesimen yang telah dikompaksi pada suhu 200°C



Gambar 26 Spesimen yang telah dikompaksi pada suhu 250° C

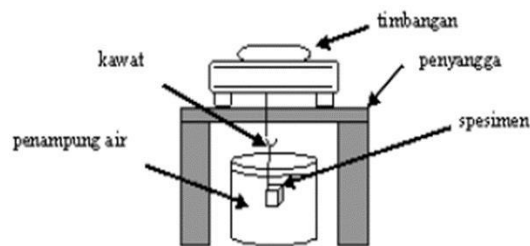
3.6.1 Pengujian Densitas

Suatu benda tersusun atas suatu bahan murni yang dapat memiliki berbagai ukuran ataupun massa namun kerapatannya akan sama untuk semuanya. Kerapatan (density) dinyatakan dengan ρ (“rho”) dengan satuan SI yang digunakan adalah kg/m^3 . Densitas didefinisikan sebagai massa per-satuan volume.

Pengujian densitas (density) dilakukan untuk mengetahui kerapatan massa dari benda atau sampel yang diuji. Terjadinya porositas atau tidak dapat diketahui dengan mudah jika kerapatan (density) benda yang diuji telah diketahui, karena dengan porositas akan mempengaruhi dan memiliki sifat mekanik benda uji yang dihasilkan. Pengujian dilakukan dengan cara membandingkan massa benda uji di udara dan didalam fluida dengan menggunakan timbangan digital. Pada pengujian ini fluida yang digunakan adalah media kering dan basah.

Adapun langkah-langkah pengujian densitas adalah sebagai berikut :

1. Siapkan benda uji yang akan digunakan dalam pengujian densitas.
2. Setelah benda uji siap, selanjutnya dilakukan penimbangan benda uji dengan timbangan digital satu per satu untuk mengetahui massanya.
3. Timbang benda uji tanpa fluida atau di udara bebas dan berat benda uji didalam fluida.
4. Catat setiap hasil massa yang dihasilkan setiap benda uji untuk menghitung densitas tiap-tiap benda uji.
5. Kemudian hitung dengan menggunakan rumus Archimedes.



Gambar 27 Skema pengujian densitas

Densitas benda uji ditentukan berdasarkan teori Archimedes.

$$\rho_{\text{apparent}} = \frac{W_{\text{udara}}}{W_{\text{udara}} - W_{\text{fluida}}} \times \rho_{\text{fluida}} \dots \dots \dots (1)$$

3.6.2 Pengujian Tekan

Untuk mengetahui sifat mekanik suatu material dapat diukur dengan memberikan penekanan beban terhadap permukaan benda. Dalam hal ini kekuatan tekan bahan. Yang dimaksud dengan kekuatan tekan material adalah gaya dibagi satuan luas yang dapat menahan kompresi dan ketika batas kuat tekan benda telah tercapai, maka benda akan mengalami deformasi atau mengalami perubahan bentuk. Pada pengujian dilakukan pada spesimen yang

berbentuk silinder yang berasal dari hidroksiapatit. Pengujian dilakukan dengan alat Hydraulic Compression Tester. Berikut gambar 28 adalah gambar alat uji tekan.

3.6.3 Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

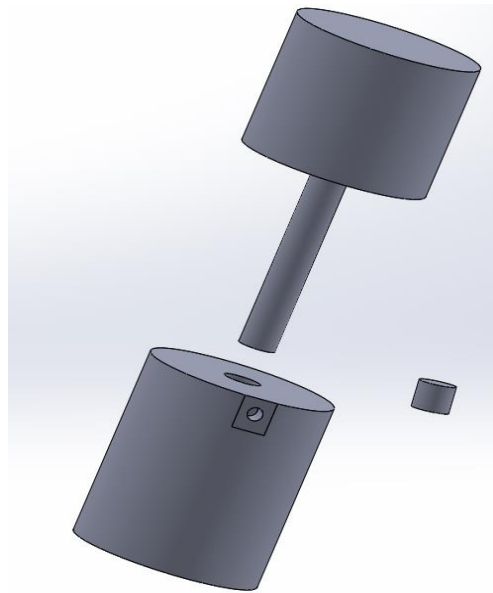
Pengujian X-Ray Diffraction merupakan teknik analisis non-destruktif yang digunakan untuk menentukan dan mengidentifikasi secara kuantitatif tentang bentuk-bentuk berbagai kristal yang disebut dengan fase. Hasil indentifikasi diperoleh dari perbandingan pola difraksi dengan sinar-X. X-Ray Diffraction (XRD) dapat digunakan untuk menentukan fase apa yang ada didalam bahan dan konsentrasi bahan-bahan penyusunnya. Pengujian kali ini dilakukan menggunakan alat uji XRD Rigaku MiniFlex 600 seperti pada gambar 28. Hasil yang didapat dari XRD juga mengukur macam-macam ketidakraturan dan penyimpangan kristal serta karakterisasi material. Adalah Hukum Bragg yang merupakan dasar dari spektrometer sinar X (XRD). Difraksi sinar X oleh sebuah materi terjadi akibat fenomena hamburan oleh tiap atom dan interfensi gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom-atom tersebut.



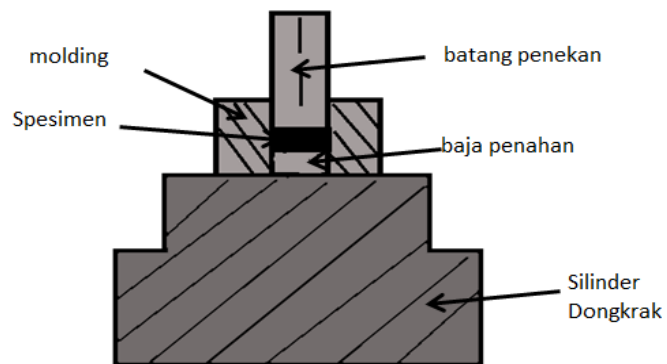
Gambar 28 Alat uji X-Ray Diffraction (XRD)

BAB 4
HASIL DAN PEMBAHASAN

1.1 Desain *Molding Cold Sintering*



Gambar 29 Desain *Molding cold sintering*



Gambar 30 Skema Kompaksi Sintering Dingin

Berikut bagian-bagian dari kompaksi sintering dingin seperti terdapat pada gambar 30 hingga menjadi sample.

Perhitungan Penekan Molding bisa dihitung sebagai berikut:

$$F_p = \sigma_p \times A_p \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

F_p = gaya pada penekan (N)

σ_p = tegangan pada batang penekan (Mpa)

A_p = luas penampang penekan (mm^2)

$$F_D = \sigma_D \times A_D \dots\dots\dots(3)$$

Keterangan:

F_D = gaya pada dongkrak (N)

σ_D = tegangan pada *pressure gauge* (kg/cm^2)

A_D = luas penampang dongkrak (mm^2)

Dari persamaan rumus diatas maka dapat dihitung:

$$F_p = F_D \dots\dots\dots(4)$$

$$\sigma_p \times A_p = \sigma_D \times A_D \dots\dots\dots(5)$$

$$\sigma_p \frac{\sigma_D \times \Pi(d_D)^2}{\Pi(d_p)^2} \dots\dots\dots(6)$$

$$\sigma_p \frac{\sigma_D \times (d_D)^2}{(d_p)^2} \dots\dots\dots(7)$$

Direncanakan tekanan *pressure gauge* pada dongkrak adalah 400 kg/cm^2

$$\sigma_{dongkrak} = 400 \text{ kg/cm}^2$$

$$d_{dongkrak} = 53,04 \text{ mm}$$

$$d_{penekan} = 12 \text{ mm}$$

$$\sigma_p \frac{400 \text{ kg/cm} \times (53,04)mm^2}{(12)mm^2}$$

$$= 7.814,56 \text{ kg/cm}^2$$

$$= 766,3465 \text{ MPa}$$

Jadi kekuatan material penekan minimal adalah $\sigma_p = 766,3465 \text{ MPa}$

Dalam uji kompaksi suatu material dengan berbagai temperatur, kemampuan material menahan gaya beban dengan dipengaruhi temperatur tinggi seperti temperatur 250⁰C hingga terjadi kegagalan pada saat material ditekan.

Dari pengujian kekuatan tekan diperoleh hasil tekanan spesimen sebagai berikut:

$$A_1 = \frac{1}{4} \Pi (d_1)^2 \dots\dots\dots (8)$$

$$= \frac{1}{4} 3,14 (4,808 \text{ cm})^2$$

$$= 18,14674 \text{ cm}^2$$

$$A_2 = \frac{1}{4} \Pi (d_2)^2$$

$$= \frac{1}{4} 3,14 (1,2 \text{ cm})^2$$

$$= 1,1304 \text{ cm}^2$$

$$\sigma_1 = \frac{1,5 \text{ Mpa} \times 18,14674 \text{ cm}^2}{1,1304 \text{ cm}^2}$$

$$\sigma_1 = 24,0800 \text{ MPa}$$

Keterangan :

d_1 = Diameter Silinder Alat Tekan (cm)

d_2 = Diameter Spesimen (cm)

A_1 = Luas Alas Alat (m²)

A_2 = Luas Alas Spesimen (m²)

σ_1 = Tegangan yang terbaca pada alat (Mpa)

σ_2 = Tegangan di sample (Kekuatan Tekan Sample) (Mpa)

1.1.1 Proses Pembuatan Spesimen HA

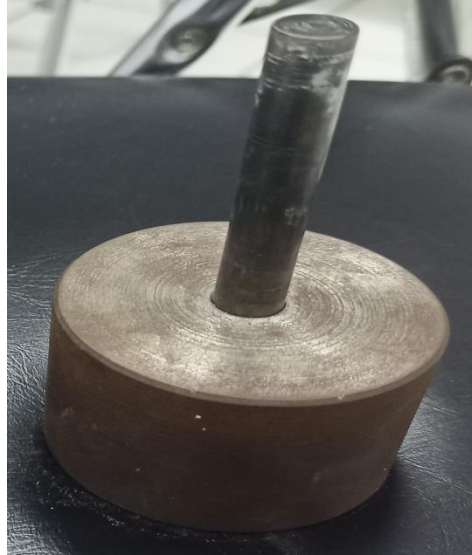
1. Mempersiapkan serbuk Hidroksiapatit sebanyak 2 gram.

2. Memanaskan *molding*/cetakan pada suhu 150°C, 200 °C dan 250 °C.
3. Setelah sampai pada suhu tertentu, masukkan penutup bawah *molding* yang berukuran kecil seperti gambar 30.



Gambar 31 *Molding* Spesimen

4. Kemudian serbuk dimasukkan ke *molding*/cetakan dan masukan penekan *molding* seperti gambar 4.3 dengan memberikan tekanan sebesar ± 600 MPa. Hasil cetakan dibiarkan selama ± 10 menit dibawah tekanan.



Gambar 32 Penekan *molding*

Perlakuan panas pada pencetakan spesimen menggunakan penekan *molding*/cetakan dari material 4340 As Received seperti pada gambar 33. Gambar tersebut merupakan contoh baja yang belum di *heattreatment*, maka material tersebut mengalami deformasi atau yang disebut perubahan bentuk sehingga tidak bisa digunakan seperti terlihat pada gambar 33.



Gambar 33 Penekan *molding* menggunakan material 4340 as-received

Pada perlakuan panas selanjutnya dengan metode fluida air, penekan molding menggunakan material 4340 *Heat Treatment Quenching* dengan fluida air. Menggunakan baja 4340 As Riecieved karena baja ini termasuk dalam baja karbon medium dengan kandungan Ni-Cr dan Mo dan memiliki ketahanan impak dan tahan abrasi. Pada proses perlakuan panas parameter yang digunakan yaitu temperatur sebesar 820°C, waktu penahanan selama 30 Menit kemudian langsung dicelupkan kedalam air dan prosesnya dilakukan secara berulang. Seperti terlihat pada gambar 34 baja tersebut mengalami perpatahan saat di *heattreatment quenching* dengan fluida air.



Gambar 34 Penekan molding menggunakan material 4340 (Heat Treatment Quenching dengan fluida air)

Perlakuan panas ini terdapat juga pada metode *heattreatment Quenching* dengan fluida Oli, pada gambar 34 dapat dilihat perbedaan dengan metode sebelumnya, baja yang menggunakan fluida Oli memiliki ketahanan dan tahan korosi serta tidak mudah mengalami deformasi.



Gambar 35 Penekan *molding* menggunakan material 4340 *heattreatment Quenching* dengan fluida Oli)

Tabel 3 Kandungan XRF dari HSLA AISI 4340

Element	Concentration (ppm)	Uncertainty (ppm)	counts
Ca (20)	362	± 167	97,3
Cr	10750	± 254	21456,1
Cu	240	± 40,5	548,0
Fe	958747	± 5868	4850475
Ga	24,5	± 10,8	101,9
Mn	10475	± 218	34376,0
Ini	18796	± 287	31807,0
Pb	45,5	± 44,4	245,7
Ti	449	± 87,4	337,7
V	102	± 48,5	124,0

Pada tabel Kandungan XRF dari HSLA AISI 4340 dapat dilihat kandungan Fe mendominasi dengan jumlah 958747/ppm setara dengan 95,8747 %.

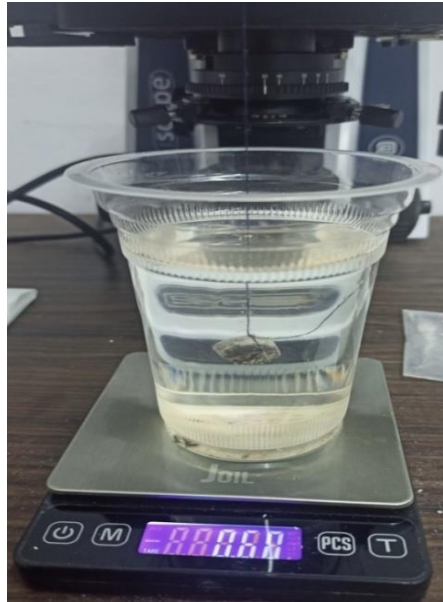
1.2 Pengujian Densitas

Pengujian densitas menggunakan teori Archimedes, berikut ini adalah pengujian densitas hidroksiapatit dari tulang sapi. Pengujian densitas adalah ukuran kerapatan suatu zat dinyatakan dengan banyaknya zat, massa per satuan volume. Berikut salah satu contoh dari perhitungan densitas dan porositas.

Sebelum melakukan perhitungan untuk menentukan porositas dari setiap sample, yang diperlukan adalah massa spesimen diudara dan spesimen diair, dan timbangan digital serta tali untuk mengikat spesimen di fluida. Pada proses penimbangan air sebagai fluida, diperlukan air 250 ml dalam gelas dan spesimen yang telah diikat dengan tali, menggantung ditengah kedalaman yang sama. Kemudian dilanjutkan perhitungan densitas apparent. Untuk menghitung densitas teoritis diketahui massa jenis hidroksiapatit $3,156 \text{ g/cm}^3$ dan massa jenis sampel hidroksiapatit sebanyak 2 g/cm^3 . Maka cara menghitung densitas relatif yaitu densitas apparent dibagi densitas teoritis dikali 100 % kemudian dapat dicari porositas setiap spesimen. Berikut pengujian densitas yang dilakukan:



Gambar 36 Pengujian Densitas berat kering keramik hidroksiapatit



Gambar 37 Pengujian Densitas berat kering keramik hidrosiapatit

Densitas apparent dari spesimen dapat dihitung sebagai berikut:

$$\rho_{\text{apparent}} = \frac{W_{\text{udara}}}{W_{\text{udara}} - W_{\text{fluida}}} \times \rho_{\text{fluida}} \dots \dots \dots (9)$$

$$\rho_{\text{apparent}} = \frac{1,67}{1,67 - 0,76} \times \frac{1g^3}{cm^3}$$

$$\rho_{\text{apparent}} = 1,8351g/cm^3$$

Dari hasil perhitungan dapat diketahui densitas relatif dan porositas sebagai berikut:

$$\rho_{\text{relatif}} = \frac{\rho_{\text{apparent}}}{\rho_{\text{teoritist}}} \times 100\% \dots \dots \dots (10)$$

$$\rho_{\text{relatif}} = \frac{1,8351g/cm^3}{3,156g/cm^3} \times 100\%$$

$$\rho_{\text{relatif}} = 58,14 \%$$

Jadi perhitungan porositasnya,

$$\Phi = 100 \% - \rho_{\text{relatif}}$$

$$\Phi = 100 \% - \rho_{\text{relatif}}$$

$$\Phi = 41,86 \%$$

Tabel 4 Data hasil pengujian densitas dan porositas sampel HA dengan temperatur 150 °C

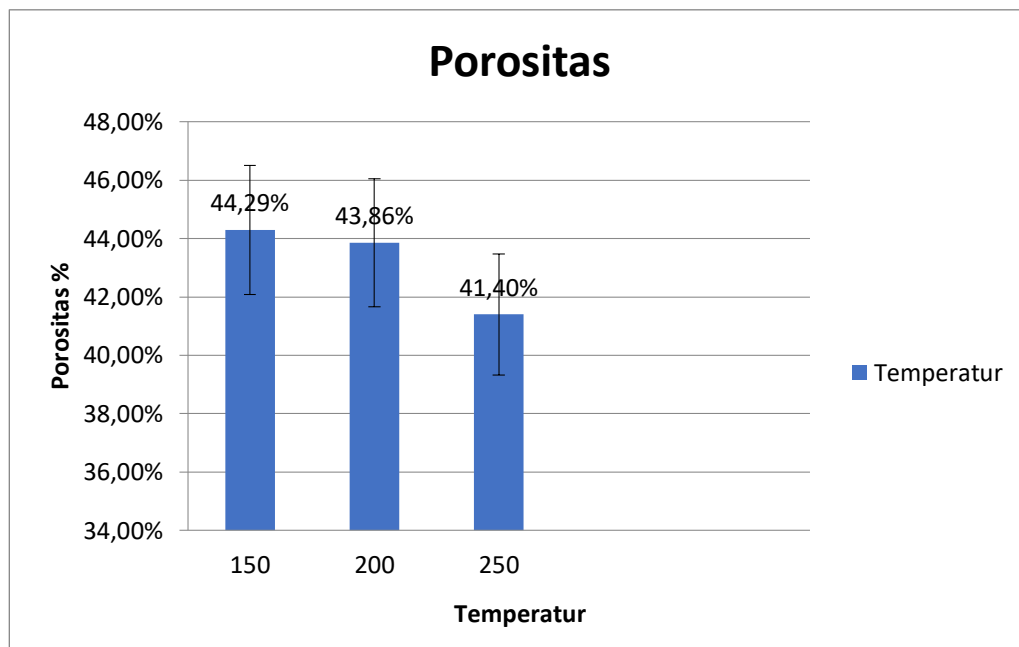
Sampel	Berat Kering (gr)	Berat Basah (gr)	Densitas Apparent (g/cm³)	Densitas Relatif	Porositas	Rata-rata	Standar Deviasi
S1	1,67	0,76	1,8351	0,5814	41,86%		0,015644328
S2	1,68	0,70	1,7142	0,5431	45,69%	44,29%	
S3	1,63	0,68	1,7157	0,5436	45,64%		
S4	1,68	0,73	1,7684	0,5603	43,97%		

Tabel 5 Data hasil pengujian densitas dan porositas sampel HA dengan temperatur 200 °C

Sampel	Berat Kering (gr)	Berat Basah (gr)	Densitas Apparent (g/cm³)	Densitas Relatif	Porositas	Rata-rata	Standar Deviasi
S1	1,58	0,68	1,7555	0,5562	44,38%		0,029891167
S2	1,69	0,73	1,7604	0,5577	44,23%	43,86%	
S3	1,63	0,78	1,9176	0,6076	39,24%		
S4	1,72	0,68	1,6538	0,5240	47,60%		

Tabel 6 Data hasil pengujian densitas dan porositas sampel HA dengan temperatur 250 °C

Sampel	Berat Kering (gr)	Berat Basah (gr)	Densitas Apparent (g/cm³)	Densitas Relatif	Porositas	Rata-rata	Standar Deviasi
S1	1,63	0,77	1,8953	0,6005	39,95%		0,021591955
S2	1,59	0,68	1,7472	0,5536	44,64%	41,40%	
S3	1,63	0,74	1,8314	0,5802	41,98%		
S4	1,54	0,74	1,925	0,6099	39,01%		



Gambar 38 Grafik Porositas HA dengan Temperatur 150°, 200° dan 250°

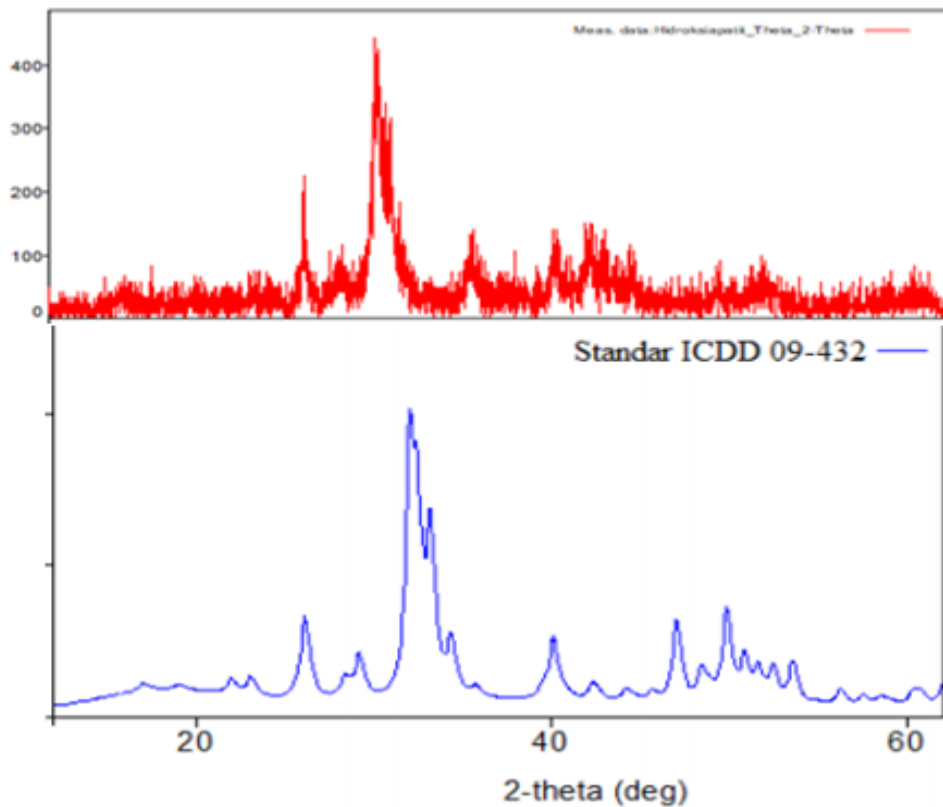
Berdasarkan hasil pengujian densitas dapat dilihat pada gambar grafik 38 pada temperatur 150°C memiliki rata-rata persentase porositas 44,29%, dan pada suhu 200°C memiliki rata-rata persentase 43,86% sedangkan pada suhu 250°C memiliki rata-rata kekuatan tekan sebesar 41,40%. Pada gambar 38 rata-rata persentase mengalami penurunan dikarenakan pada saat dikompaksi atau pembuatan material terjadi penguapan yang berlebihan yang mendorong partikel pada saat sintering sehingga kekuatan antar partikel berkurang.

1.3 Pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pengujian XRD bertujuan untuk mengetahui struktur atau komposisi (fasa) yang terjadi pada suatu material. Pengujian ini dilakukan di laboratorium Jurusan Fisika MIPA Universitas Sriwijaya, alat yang digunakan pengujian XRD adalah Rigaku Mini Flex seri 600. Telah diketahui hasil fasa yang terjadi maka dilakukan analisis berdasarkan hasil grafik yang didapat dari pengujian

XRD kemudian masing-masing puncak grafik disesuaikan dengan standard dari database ICDD 00-009-0432.

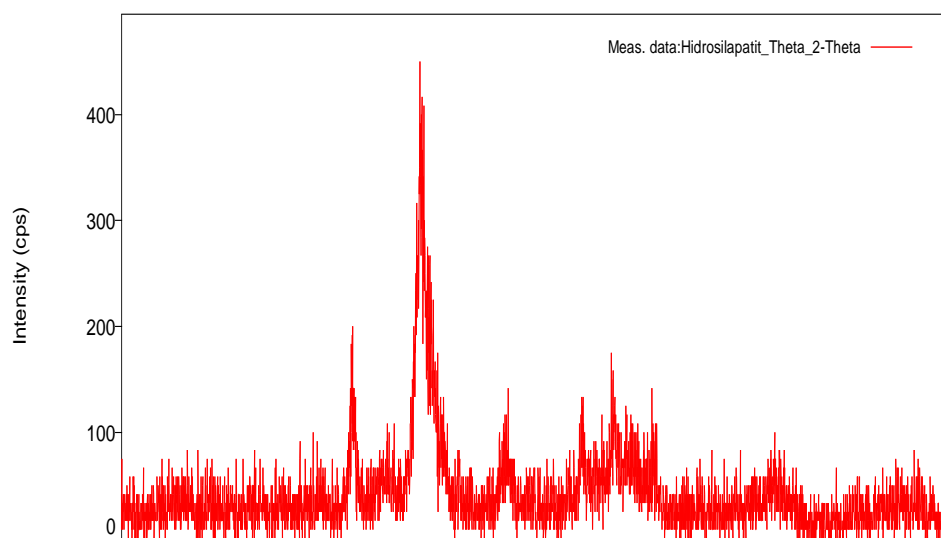
1.3.1 Hasil Pengujian XRD Tulang Sapi



Gambar 39 Spektrum hasil XRD tulang sapi pada suhu 600°C

Sebelum melakukan pengujian tekan, serbuk hidroksiapatit telah dilakukan pengujian XRD di Fakultas MIPA untuk mengetahui komposisi yang terkandung dalam serbuk hidroksiapatit. Dan dilakukan perbandingan hasil uji XRD dengan database ICDD. Dalam tulang sapi terdapat kandungan kalsium dengan adanya CaO dari penyesuaian data dengan data hasil database ICDD.

Seperti pada gambar 39 dapat dilihat pada pengujian XRD serbuk Hidroksiapatit yang telah dilakukan kalsinasi pada temperatur 600°C dalam bentuk grafik warna merah dan standar ICDD warna biru. Dari grafik tersebut dapat dilihat hidroksiapatit yang telah dikalsinasi 600°C memiliki bentuk yang hampir sama dengan standar ICDD. Di gambar tersebut terdapat puncak tertinggi yaitu sudut 26.15, 29.32, 32.07, 40.12, dan 46.9. Berdasarkan grafik semakin tinggi titik puncak intensitas maka kandungannya semakin kristalis, dan sebaliknya semakin rendah titik puncak intensitas maka kandungannya semakin rendah juga.



Gambar 40 Spektrum hasil XRD Hidroksiapatit pada temperatur 250°C

Seperti pada gambar 39 dapat dilihat pada pengujian XRD serbuk Hidroksiapatit yang telah dilakukan kompaksi pada temperatur 250°C dalam bentuk grafik. Dari grafik tersebut dapat dilihat hidroksiapatit yang telah dikalsinasi 600°C dan dikompaksi pada temperatur 250°C. Di gambar tersebut terdapat puncak tertinggi yaitu sudut 28.85, 28.8, 31.89, 46.57, 49.8, 53.2, dan 64.37. Berdasarkan grafik semakin tinggi titik puncak intensitas maka kandungannya semakin kristalis, dan sebaliknya semakin rendah titik puncak intensitas maka kandungannya semakin rendah juga.

1.4 Pengujian Tekan

Pada pengujian kekuatan tekan adalah untuk mengetahui sifat mekanik yang terdapat pada hidroksiapatit (HA). Dalam kekuatan tekan suatu material adalah kemampuan material menahan gaya beban hingga terjadi kegagalan pada material.

Tabel 7 Data Hasil Pengujian Tekan Hidroksiapatit pada Temperatur 150°C

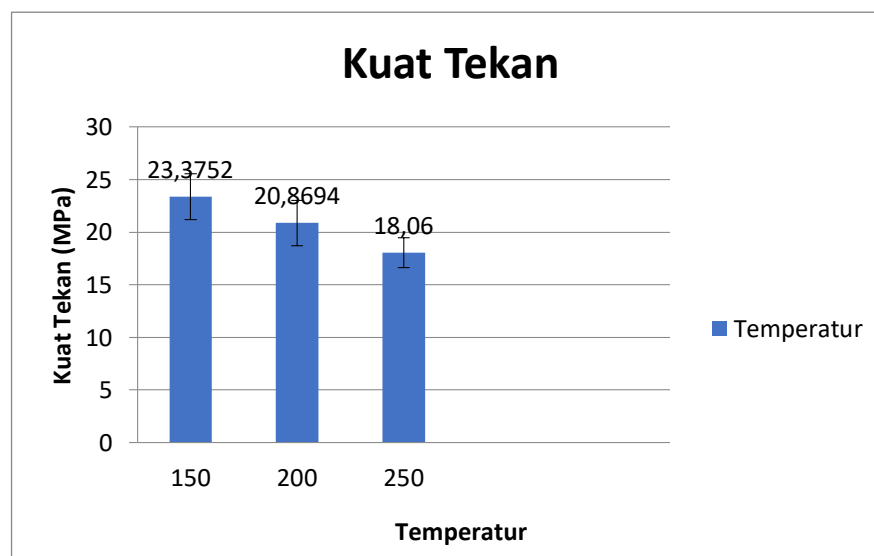
Sampel	Diameter (cm)	Tinggi (mm)	σ_1 (Mpa)	σ_2 (Mpa)	SD	Rata-rata σ_2 (Mpa)
1	1,2	8	1,5	24,0800		
2	1,2	8	1,4	22,4747	0,911101	23,3752
3	1,1	8	1,4	24,4715		
4	1,2	8	1,4	22,4747		

Tabel 8 Data Hasil Pengujian Tekan Hidroksiapatit pada Temperatur 200°C

Sampel	Diameter (cm)	Tinggi (mm)	σ_1 (Mpa)	σ_2 (Mpa)	SD	Rata-rata σ_2 (Mpa)
1	1,2	8	1,5	24,0800		
2	1,2	9	1,2	19,2640	2,53825	20,8694
3	1,2	8	1,1	17,6587		
4	1,2	8	1,4	22,4747		

Tabel 9 Data Hasil Pengujian Tekan Hidroksiapatit pada Temperatur 250°C

Sampel	Diameter (cm)	Tinggi (mm)	σ_1 (Mpa)	σ_2 (Mpa)	SD	Rata-rata σ_2 (Mpa)
1	1,2	9	1,3	20,8693		
2	1,2	8	1,3	20,8693	3,285026	18,06
3	1,2	9	1,1	17,6587		
4	1,2	8	0,8	12,8427		



Gambar 41 Grafik Pengujian kekuatan tekan HA pada temperatur 150 °C, 200°C, 250°C

Berdasarkan hasil pengujian kekuatan tekan digambar 40 pada temperatur 150°C memiliki rata-rata kekuatan tekan sebesar 23,3752 Mpa, berbeda pada suhu 200°C memiliki rata-rata kekuatan tekan sebesar 20,8694 Mpa sedangkan pada suhu 250°C memiliki rata-rata kekuatan tekan sebesar 18,06 Mpa. Pada gambar 41 rata-rata kekuatan tekan mengalami penurunan dikarenakan terjadi kesalahan setelah pengujian densitas yaitu keretakan pada spesimen sehingga terjadi deformasi atau cacat sebelum di uji tekan seperti pada tekanan temperatur 200°C dan 250°C.

Pada penelitian ini sehingga terjadi kecacatan dan terdapat beberapa kemungkinan, pada saat dikompaksi atau pembuatan material adanya

peningkatan temperatur hingga terjadi penguapan yang berlebihan yang mendorong partikel pada saat sintering sehingga mengalami pengurangan kadar air berlanjut serta kekuatan antar partikel berkurang.

1.5 Hasil Pengamatan Struktur *Micro*

Pada pengamatan ini dilakukan untuk mengamati struktur mikro pada sample. Material yang telah dibuat dari hidroksiapatit, kemudian dilakukan proses sintering dan membentuk porositas pada sample, dilakukannya pengujian untuk melihat struktur mikro dari sample hidroksiapatit. Pengamatan struktur mikro yang dilakukan menggunakan Mikroskop Optik di lab CNC Teknik mesin indralaya, dengan pembesaran yaitu pembesaran 200x, dari temperatur 150⁰C, 200⁰C, 250⁰C.



Gambar 42 Hasil Pengamatan Struktur Mikro Temperatur 150⁰C dengan pembesaran 200x



Gambar 43 Hasil Pengamatan Struktur Mikro Temperatur 200⁰C dengan pembesaran 200x



Gambar 44 Hasil Pengamatan Struktur Mikro Temperatur 250⁰C dengan pembesaran 200x

Pada pengamatan struktur mikro menggunakan Mikroskop Optik dengan pembesaran 200x dari 150⁰C, 200⁰C, 250⁰C dapat dilihat bahwa sample tersebut tidak memiliki porositas diatas permukaannya. Tujuan pengamatan struktur mikro untuk mengetahui apakah terdapat porositas pada sample atau tidak , setelah dilakukan pengamatan Micro pada pembesaran 200x pada gambar 42,43,44 setiap spesimen memiliki gumpalan karbon yang berwarna hitam.

BAB 5

PENDAHULUAN

2.1 Kesimpulan

Berdasarkan data hasil pengamatan dan data hasil perhitungan, eksperimen ini menghasilkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Pada Pengujian sintering ditemperatur 150⁰C, 200⁰C dan 250⁰C mengalami perubahan bentuk saat dilakukan pengujian densitas dan pengujian tekan serta mempengaruhi perubahan tingkat standar deviasi.
2. Hasil pada pengujian tekan dipengaruhi oleh adanya material temperatur suhu yang tinggi saat dikompaksi sehingga saat diuji tekan hanya menghasilkan daya tekan sedikit dan menyebabkan tekanan mekaniknya mudah rapuh.

2.2 Saran

Berdasarkan data hasil pengamatan dan data hasil perhitungan, eksperimen ini menghasilkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Pada Pengujian sintering ditemperatur 200⁰C dan 250⁰C mengalami perubahan bentuk saat dilakukan pengujian densitas dan pengujian tekan hingga mengalami rapuh menyebabkan tingkat uji tekan menurun.
2. Saat uji kompaksi sebaiknya ukuran spesimen dikurangi sedikit karena suhu yang tinggi menyebabkan penguapan partikel. Sehingga spesimen yang dikompaksi akan lebih padat dan meningkatnya kekuatan mekanik spesimen.

DAFTAR RUJUKAN

- Adi, K., & Asmi, D. (2014). Sintesis dan Karakterisasi Biokeramik Hidroksiapatit Bahan Tulang Sapi pada Suhu 800-1100. 02(02), 125–130.
- Funahashi, S., Guo, H., Guo, J., Baker, A. L., Wang, K., Shiratsuyu, K., & Randall, C. A. (2017). Cold sintering and co-firing of a multilayer device with thermoelectric materials. November 2016. <https://doi.org/10.1111/jace.14852>
- Grasso, S., Biesuz, M., Zoli, L., Taveri, G., Duff, A. I., Ke, D., Jiang, A., Reece, M. J., Grasso, S., Biesuz, M., Zoli, L., Taveri, G., Duff, A. I., Ke, D., Jiang, A., Reece, M. J., Grasso, S., & Biesuz, M. (2020). A review of cold sintering processes. *Advances in Applied Ceramics*, 0(0), 1–29. <https://doi.org/10.1080/17436753.2019.1706825>
- Hengky, A. (2011). Peran hidroksiapatit sebagai bone graft dalam proses penyembuhan tulang. *Stomatognatik Jurnal Kedokteran Gigi*, 8(2), 6–9.
- Jayaswal, G. P., Dange, S. P., Khalikar, A. N., Jayaswal, G. P., Dange, S. P., & Khalikar, A. N. (2010). Bioceramic in Dental Implants: A Review. *Journal of Indian Prosthodontic Society*, 10, 8–12. <https://doi.org/10.1007/s13191-010-0002-4>
- Kusrini, E., & Sontang, M. (2012). Characterization of x-ray diffraction and electron spin resonance : Effects of sintering time and temperature on bovine hydroxyapatite. *Radiation Physics and Chemistry*, 81(2), 118–125. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2011.10.006>
- Navarro, M., Michiardi, A., Castaño, O., Planell, J. A., Interface, J. R. S., Navarro, M., Michiardi, A., & Castan, O. (2008). Biomaterials in orthopaedics Biomaterials in orthopaedics. 1137–1158. <https://doi.org/10.1098/rsif.2008.0151>
- Ooi, C. Y., Hamdi, M., & Ramesh, S. (2007). Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone. 33, 1171–1177. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2006.04.001>
- Pratiwi, R. A., Mangkuasih, S. M., & Herdianto, H. (2018). Sintesis keramik hidroksiapatit (CA 5 HO 13 P 3) dari tulang ikan sapu-sapu (Hypostomus plecostomus) untuk atenuasi gelombang S-Band. 137(May).
- Ramesh, S., Tolouei, R., Hamdi, M., Purbolaksono, J., Tan, C. Y., Amiriyani, M., & Teng, W. D. (2011). Sintering Behavior of Nanocrystalline Hydroxyapatite Produced by Wet Chemical Method. 845–849.
- Respati, S. M. B. (2010). BAHAN BIOMATERIAL STAINLESS. 6(1), 5–8.
- Schellekens, R. C. A., Baltink, J. H., Woesthuis, E. M., Stellaard, F., Kosterink, J. G. W., Woerdenbag, H. J., & Frijlink, H. W. (2012). Film coated tablets (ColoPulse technology) for targeted delivery in the lower

intestinal tract: Influence of the core composition on release characteristics. 17(January 2010), 40–47.
<https://doi.org/10.3109/10837450.2010.513986>

Warastuti, Y., Budianto, E., Dan, S., Membran, K., & Hidroksiapatit, K. (2014). Jurnal Sains Materi Indonesia SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT TULANG SAPI-KHITOSAN-POLI (VINIL Bahan dan Alat. 3000.