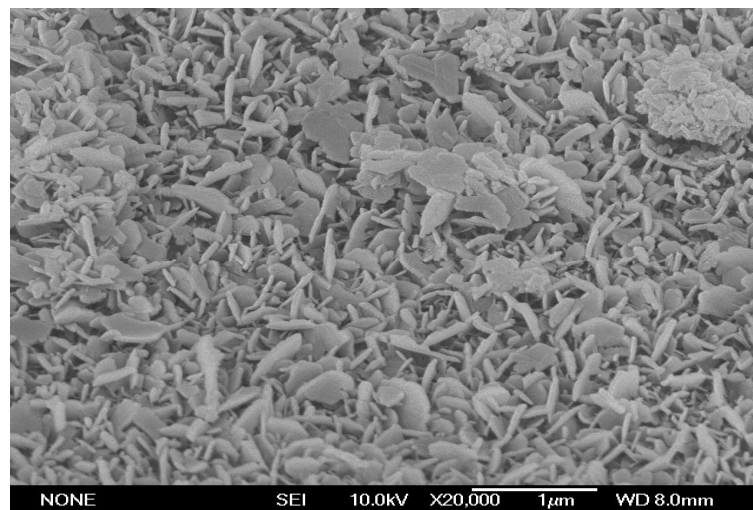


BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

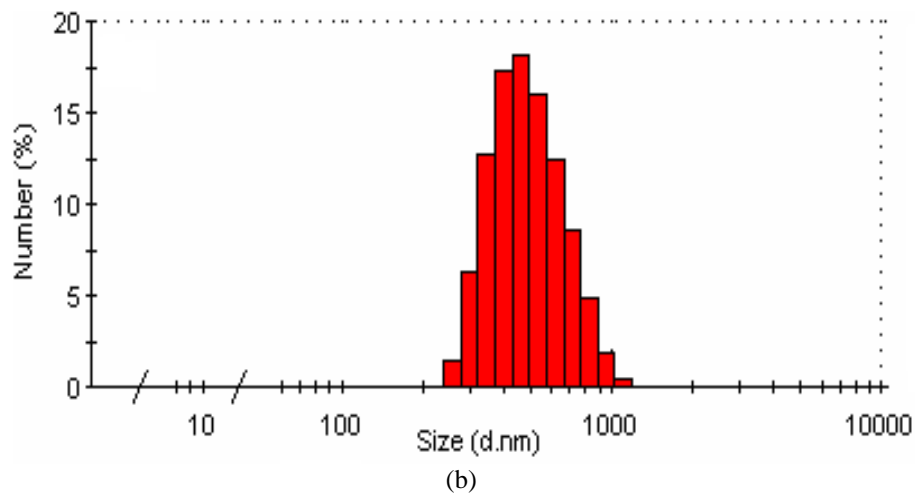
5.1 Karakterisasi hidroksiapatit

Dari hasil analisis menggunakan FESEM terlihat bahwa struktur partikel HA berbentuk flat dan cenderung menyebar dengan ukuran antara 100 – 400 nm (Gambar 5.1). Morphologi partikel dengan ukuran nano mempunyai efek terhadap sifat mekanik, mikrostruktur dan pepadatan pada proses sintering (Banerjee et al., 2007).

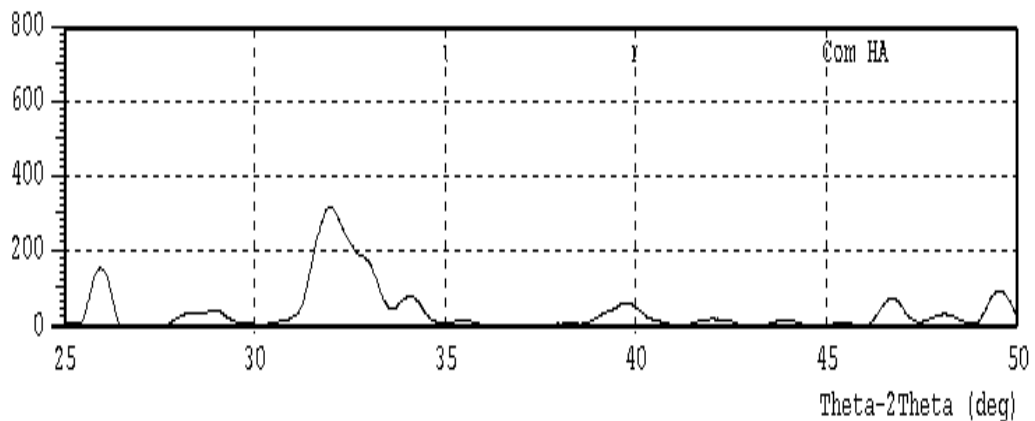


Gambar 5.1 Analisis partikel hidroksiapatit menggunakan SEM

Sedangkan analisa dengan menggunakan Particle Size Analyzer (PSA), diperoleh bahwa ukuran rata-rata partikel hidroksiapatit adalah 765 nm, seperti yang nampak pada grafik pada gambar 5.2.



Gambar 5.2 Distribusi ukuran partikel hidroksiapatit



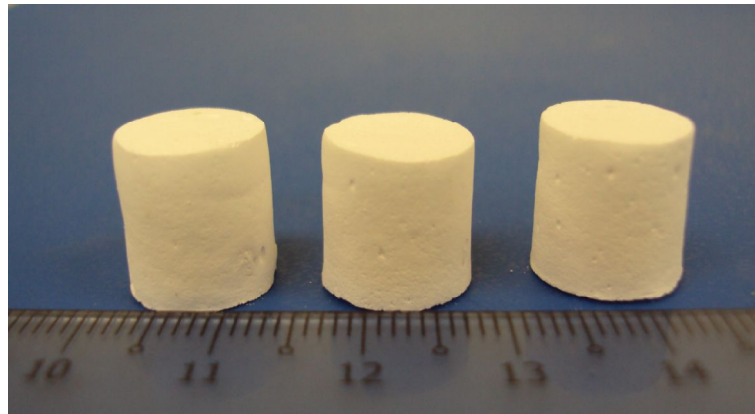
Gambar 5.3 Analisis partikel hidroksiapatit menggunakan XRD

Gambar 5.3 memperlihatkan grafik hasil analisis HA menggunakan XRD. Terlihat bahwa HA mempunyai kiralinitas yang rendah dan terkandung sedikit TCP (kurang dari 5%). Keberadaan TCP sangat berpengaruh terhadap kelarutan, kekuatan mekanik dan sifat-sifat biologi dari partikel.

5.2 Pengaruh temperatur sintering terhadap sifat fisika dan kimia

Setelah proses sintering, slurry dituang ke dalam cetakan dan selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 180°C selama 1 jam sehingga diperoleh green body.

Kemudian green bodi tersebut di potong pada bagian atas dan bawahnya sehingga diperoleh green bodi dengan bentuk silinder yang baik. Gambar 5.4 memperlihatkan foto tiga buah komposit alumina-HA berpori dengan bentuk silinder (untuk sampel S3). Tidak ada keretakan ataupun perubahan bentuk selama proses pembakaran pembentuk pori dan sintering dilakukan.



Gambar 5.4 Komposit alumina-HA berpori setelah disinter pada suhu 1550°C.

Untuk mengetahui efek temperatur sintering terhadap sifat fisika keramik berpori, sampel S0, S1, S2 and S3 dievaluasi. Hasil pengukuran shrinkage, densiti, porositi and compressive strength untuk semua sampel disajikan pada Tabel 5.1

Tabel 5.1 Hasil pengukuran sifat fisika dan mekanik komposit alumina-HA

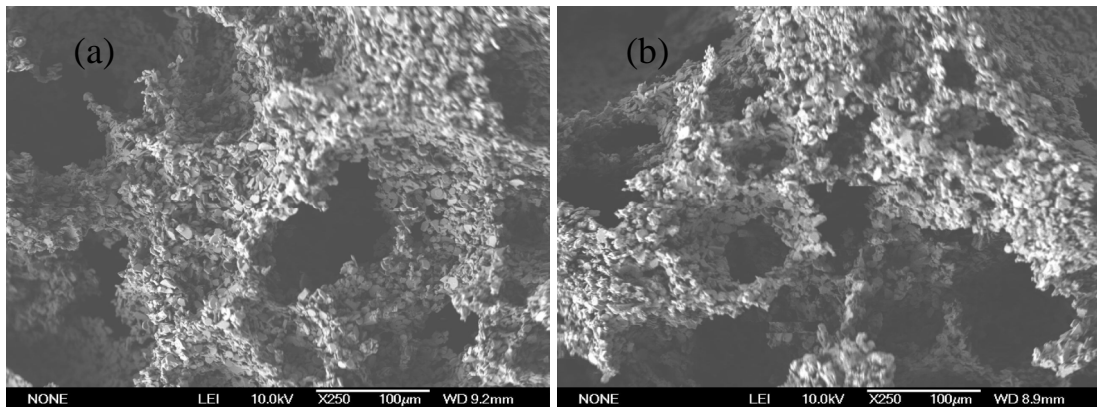
| Slurry | Shrinkage (Vol.%) | Densiti (g cm ⁻³) | Porositi (%) | Compr. strength (MPa) |
|--------|-------------------|-------------------------------|--------------|-----------------------|
| S0 | 24.4 | 2.3 | 41.8 | 0.8 |
| S1 | 28.6 | 2.0 | 48.5 | 1.8 |
| S2 | 33.0 | 2.4 | 39.0 | 2.1 |
| S3 | 43.3 | 2.2 | 44.6 | 7.5 |

Ketika temperatur sintering naik dari 1200 menjadi 1550°C, shrinkage bodi keramik naik dari 24,4 to 43,3%. Shrinkage terjadi berasal dari penyusutan akibat hilangnya kuning telur ketika dibakar dimana partikel yang mula-mula menyebar akan membentuk kelompok, mendejat dan berkontak. Terbakarnya kuning telur akan meninggalkan pori di dinding keramik. Pori-pori ini akan menjadi ruang-ruang kosong yang akan saling bergerak dari pusat menuju permukaan luar bodi selama proses sintering dan pada saat yang sama partikel akan bergerak menuju permukaan dalam dari bodi keramik. Pergerakan partikel ini menyebabkan shrinkage pada bodi. Sehingga shrinkage akan intensif ketika temperatur sintering dinaikkan.

Tabel 5.1 juga memperlihatkan bahwa compressive strength naik perlahan-lahan ketika temperatur sintering naik dari 1200°C ke 1400°C. Compressive strength komposit alumina-hidoksiapatit berkisar antara 0.8 MPa – 2.1 MPa. Sebaliknya, pada ketika temperatur sintering dinaikkan dari 1400°C ke 1550°C, compressive strength naik dengan cepat. Dikarenakan terjadi penurunan porositi ketika temperatur dinaikkan maka compressive strength juga akan naik dengan kenaikan temperatur sintering. Selain menjadikan bahan menjadi lebih kuat, kenaikan temperatur sintering juga mengurangi porositi. Nilai compressive strength komposit berpori tertinggi adalah 7,7 MPa dan 10.6 MPa yang dicapai pada temperatur sintering 1550°C.

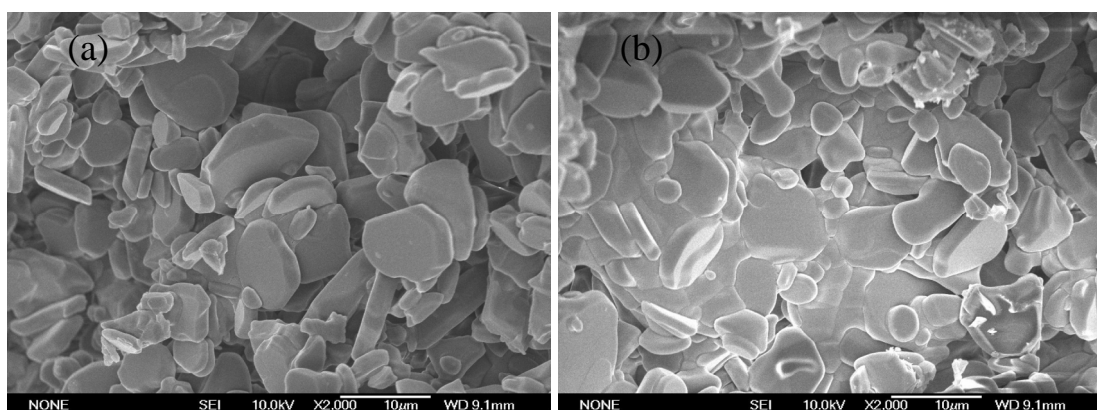
Struktur makro dan mikro sampel keramik berubah dengan kenaikan temperatur sintering. Gambar 5.5 memperlihatkan morfologi permukaan sampel keramik berpori yang disinter pada suhu 1350°C (S1) and 1550°C (S4). Ukuran pori pada bodi keramik berkisar antara 20 µm - 250 µm. Kenaikan temperatur sintering menghasilkan ukuran pori yang lebih kecil dan dinding keramik lebih kompak serta interkoneksi antar pori lebih baik (Gambar 5.5b). Hal ini terjadi dikarenakan ketika

suhu dinaikkan maka shrinkage bodi akan naik, sehingga ukuran pori mengecil sedangkan ukuran window pada pori akan membesar.

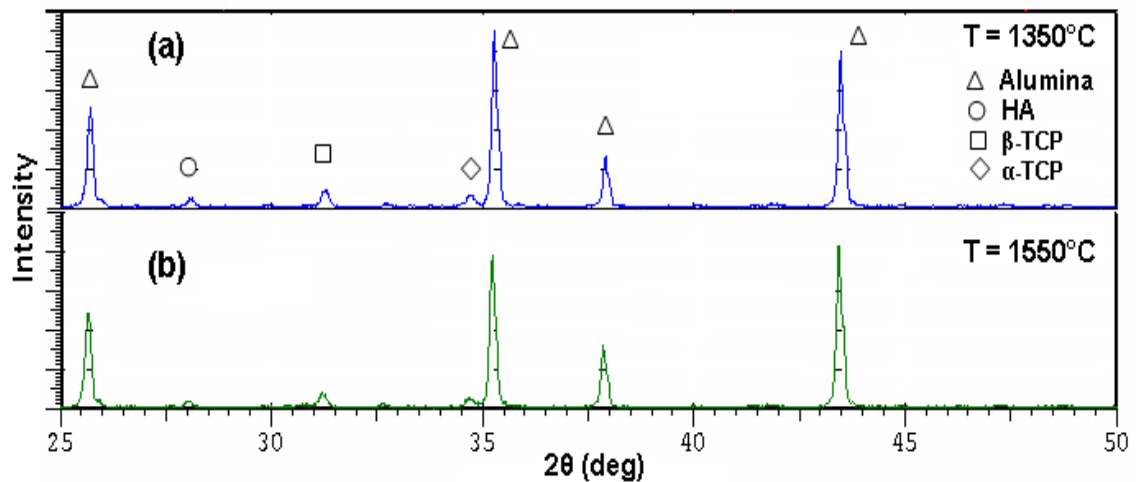


Gambar 5.5 Struktur makro bodi setelah disinter pada (a) 1350 dan (b) 1550°C

Gambar 5.6 memperlihatkan bentuk partikel di dalam bodi berpori setelah disinter pada suhu 1350°C adalah tidak beraturan. Ketika suhu sintering dinaikkan, partikel yang tidak beraturan akan tumbuh dan bergabung dengan ukuran grain yang lebih besar. Struktur mikro pada suhu sintering 1550°C yang ada pada Gambar 5.6b memperlihatkan bahwa partikel hidroksiapatit akan meleleh dan terikat bersama-sama dengan partikel alumina yang akan menaikkan kekuatan bahan.



Gambar 5.6 Struktur mikro bodi setelah disinter pada (a) 1350 dan (b) 1550°C

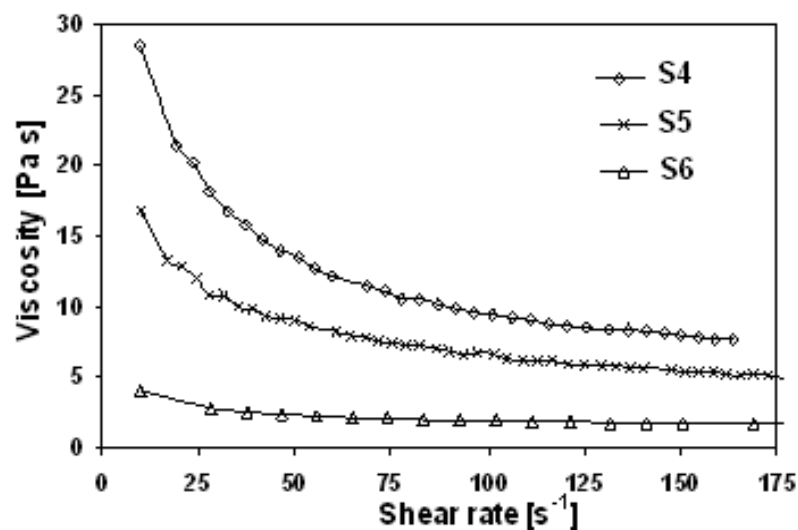


Gambar 5.7 Grafik XRD bodi komposit yang disinter pada suhu (a) 1350 dan (b) 1550°C

Gambar 5.7 memperlihatkan grafik hasil analisis bodi keramik menggunakan XRD yang disinter pada suhu 1350°C (S1) dan 1550°C (S4). Derajat kristalinitas hidroksiapatit pada temperatur sintering 1550°C adalah lebih rendah dibandingkan dengan yang disinter pada 1350°C. Kenikatan derajat kristalinitas hidroksiapatit dipercaya sebagai akibat ketidakstabilan hidroksiapatit ketika disinter pada suhu di atas 1350°C. Pada suhu di atas 1350°C, hidroksiapatit akan membentuk α -TCP dan β -TCP (Jun et al, 2003). Akan tetapi, kristalinitas trikalsium fosfat hampir tidak berubah setelah sampel disinter pada suhu 1350 dan 1550°C. Sedangkan puncak yang menunjukkan fasa alumina adalah konstan yang disebabkan oleh temperatur sintering yang masih berada di bawah titik leleh alumina (i.e 2072°C). Dari grafik juga dapat diketahui bahwa tidak fasa terbentuk selain fasa alumina, hidroksiapatit dan TCP pada kedua suhu yang berbeda. Ini mengindikasikan bahwa suhu sintering tidak merubah komposisi fasa pada bodi keramik.

5.3 Pengaruh jumlah kuning telur terhadap rheologi slurri

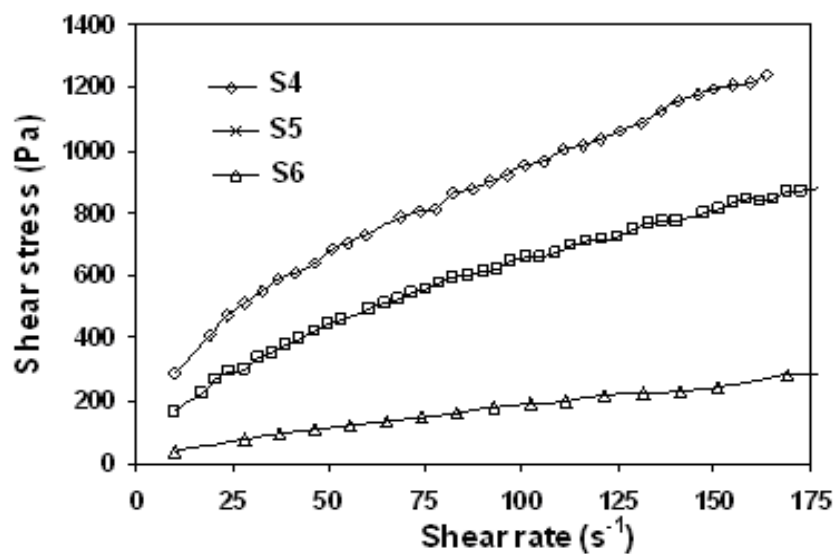
Casting adalah salah satu teknik yang umum digunakan dalam pembuatan bodi keramik. Slurri dengan konsentrasi yang tinggi dan sifat rheologi yang baik adalah dibutuhkan untuk mendapatkan hasil casting yang baik. Slurri yang ideal haruslah memiliki kandungan padatan yang tinggi dan viskositi rendah. Kandungan padatan yang tinggi di dalam slurri akan menurunkan penyusutan volume dan mencegah terjadinya keretakan pada permukaan bodi keramik. Slurri dengan viskositi yang rendah atau kemampuan mengalir yang tinggi akan mempermudah proses molding (Bose et al., 2002).



Gambar 5.8 Kurva hubungan shear rate versus viskositi slurri

Gambar 5.8 memperlihatkan pengaruh penambahan kuning telur terhadap viskositi slurri. Dari gambar tersebut terlihat bahwa penambahan kuning telur menghasilkan penurunan yang signifikan pada viskositi. Hal ini disebabkan karena kuning telur mempunyai viskositas yang rendah sehingga akan menurunkan viskositi slurri ketika kuning telur ditambahkan. Nilai viskositi sebesar 28,55 Pa.s teramati pada slurri S4 yang mengandung kuning telur sebanyak 34 g pada shear rate yang

rendah (10 s^{-1}) dan viskositas akan turun menjadi 3.93 Pa s ketika 54 g kuning telur ditambahkan ke dalam slurri (slurri S6). Nilai viskositas untuk semua slurri pada shear rate yang tinggi (175 s^{-1}) berkisar antara $1.66 - 7.59 \text{ Pa s}$ yang mengindikasikan bahwa semua slurri dapat dituangkan ke dalam mold. Pada slurri yang mengandung jumlah kuning telur lebih rendah (S4 dan S5) memperlihatkan kelakuan pseudoplastik dan kemudian bergeser ke fluida Newtonian ketika jumlah kuning telur dinaikkan (S6). Peristiwa ini disebabkan oleh banyaknya kontak antara partikel keramik ketika kandungan padatan di dalam slurri dinaikkan, dan kemudian terjadi pemutusan rantai polimer pada protein dengan kenaikan shear rate, yang akan menyebabkan penurunan viskositas slurri.

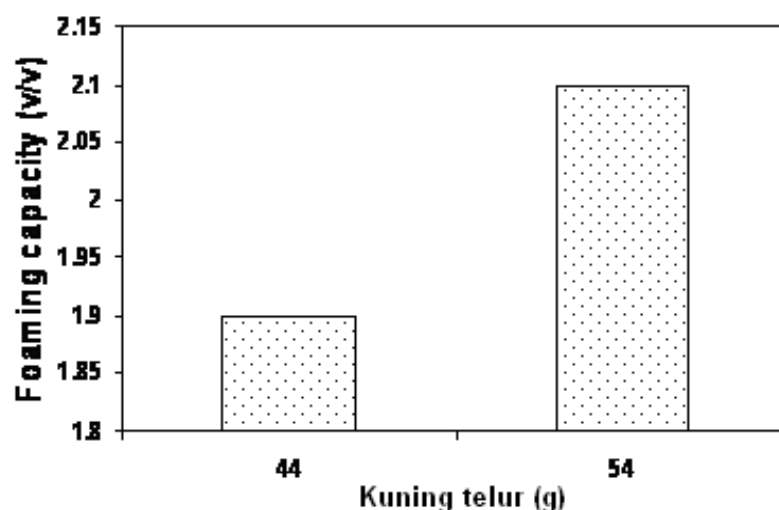


Gambar 5.9 Kurva hubungan shear rate versus shear stress slurri

Gambar 5.9 memperlihatkan hubungan antara shear rate dengan shear stress. Shear stress bertambah dengan naiknya jumlah kuning telur di dalam slurri. Pada nilai awal shear rate (10 s^{-1}), diperoleh nilai shear stress untuk slurri S4, S5 and S6 adalah berturut-turut 287.4 , 168.8 dan 39.5 Pa dan ketika shear rate dinaikkan menjadi 175 s^{-1} maka shear stress untuk semua slurri naik berturut-turut menjadi 1.241 , 869 and 281

Pa. Profil kurva pada gambar 5.9 mengindikasikan bahwa slurri S4 dan S5 mempunyai karakter shear thinning, sedangkan slurri S6 hampir memiliki kelakuan sebagai fluida Newtonian.

Gambar 5.10 memperlihatkan pengaruh jumlah kuning telur terhadap foaming capacity slurri untuk S5 and S6. Kenaikan jumlah kuning telur menghasilkan ukuran pori yang lebih besar karena foaming capacity slurri naik selama proses pengeringan. Sifat amphiphilik dari protein akan menurunkan tegangan permukaan slurri dan akan memungkinkan foaming menjadi lebih baik (Clarkson et al, 1999; Pugh, 1996). Ketika jumlah kuning telur dinaikkan dari 44 g (slurri S5) ke 54 g (slurri S6) maka foaming capacity akan naik dari 1.8 menjadi 2.1 v/v.



Gambar 5.10 Foaming capacity slurri untuk kuning telur 44 g (S5) and 54 g (S6)

5.4 Pengaruh jumlah kuning telur terhadap sifat fisika, kimia dan mekanik komposit

Tabel 5.2 memperlihatkan hasil pengukuran pengaruh jumlah kuning telur dalam slurri terhadap sifat fisika dan mekanik bodi yang diperoleh setelah proses sintering.

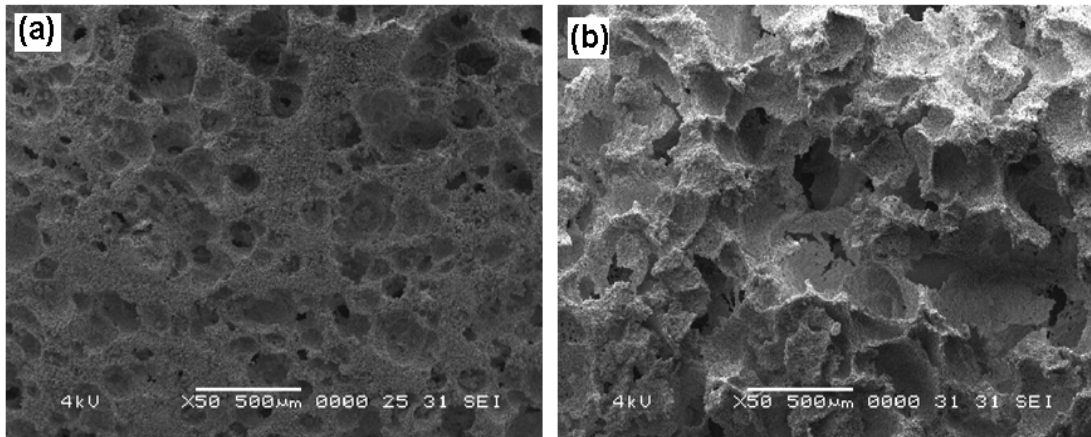
Susut volume bodi keramik mengalami kenaikan dari 46,9 menjadi 70.3 %vol. ketika

jumlah kuning telur dinaikkan dari 34 g menjadi 64 g. Partikel kuning telur dihilangkan dari bodi keramik selama proses pembakaran sehingga volume bodi yang menyusut akan semakin besar ketika jumlah kuning telur lebih banyak di dalam slurri. Selain itu, kenaikan kuning telur menjadikan kekuatan keramik menurun. Hal ini disebabkan adanya kenaikan foaming capacity ketika kuning telur dalam slurri diperbanyak. Foaming capacity yang tinggi akan menghasilkan ukuran pori yang lebih besar sehingga porositi akan naik. Kekuatan bahan menurun dari 7,5 MPa (pada porositi 44,6%) menjadi 2,6 MPa (pada porositi 57,0%) ketika jumlah kuning telur dinaikkan dari 24 g menjadi 54 g. Sifat mekanik bahan tergantung dari porositi seperti yang dinyatakan oleh Gibson and Ashby (1997).

Tabel 5.2 Pengaruh jumlah kuning telur terhadap sifat fisika dan mekanik bodi

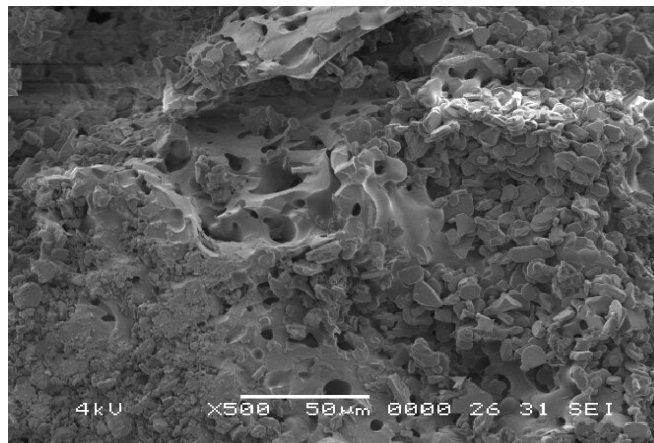
| Slurri | Kuning telur (g) | Shrinkage (Vol.%) | Porositi (%) | Kuat tekan (MPa) |
|--------|------------------|-------------------|--------------|------------------|
| S3 | 24 | 43.3 | 44.6 | 7.5 |
| S4 | 34 | 51.4 | 44.5 | 4.4 |
| S5 | 44 | 53.1 | 42.3 | 3.5 |
| S6 | 54 | 58.4 | 57.0 | 2.6 |

Walaupun ada kenaikan porositi dengan naiknya jumlah kuning telur, namun nilai porositi tersebut masih berfluktuatif seperti yang terbaca pada Tabel 5.2. Variasi porositi ini disebabkan dampak dari perbedaan ketebalan fasa alumina dan hidroksiapatit pada bodi keramik ketika dilakukan sintering sehingga ini sedikit mempengaruhi porositi



Gambar 5.11 Struktur makro pada bodi untuk sample (a) S4 and (b) S5

Dari analisis menggunakan SEM di dalam gambar 5.11 terlihat bahwa untuk foaming capacity yang lebih besar akan menghasilkan ukuran pori yang juga lebih besar dan dinding yang lebih tipis, sedangkan pada foaming capacity yang lebih kecil akan menghasilkan ukuran pori yang kecil dan dinding bodi yang lebih tebal. Hal tersebut disebabkan karena kenaikan jumlah kuning telur akan menaikkan foaming capacity, sehingga ukuran pori akan menjadi lebih besar. Ukuran pori yang diperoleh berkisar antara 50 - 500 μm .



Gambar 5.12 Struktur mikro pada sampel dengan jumlah kuning telur 34 g (S4)

Gambar 5.12 memperlihatkan bentuk grain partikel di dalam pori bodi setelah disinter pada suhu 1550°C adalah tidak teratur. Selama proses sintering, grain

partikel-partikel tersebut akan tumbuh dan bergabung menjadi ukuran yang lebih besar. Partikel hidroksiapatit akan meleleh dan bersatu dengan partikel alumina yang akan menyebabkan kenaikan kekuatan bahan.