

**KESAN NISBAH MOL $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ KEATAS
PENGHABLURAN KACA KALSIMUM FOSFAT**

Oleh

JARIAH BT MOHAMAD JUOI

Tesis ini dikemukakan kepada Universiti Sains Malaysia sebagai memenuhi keperluan
penganugerahan Ijazah Sarjana Sains

Oktober 2000

PENGHARGAAN

Alhamdulillah, bersyukur saya atas segala keizinan yang dikurniakan oleh Allah s.w.t dalam menjayakan tesis ini. Di sini, ingin saya merakamkan setinggi-tinggi penghargaan untuk Profesor Radzali Othman selaku penyelia saya. Sesungguhnya, kepercayaan, dorongan dan sifat memahami beliau menjadi tauladan dan inspirasi pada diri saya untuk mencapai yang terbaik di kalangan yang terbaik.

Sekalung budi saya hulurkan kepada USM khususnya Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan & Sumber Mineral kerana memberikan saya tempat untuk meneruskan pengajian. Penghargaan juga dirakamkan untuk Kementerian Sains & Alam Sekitar yang telah membiayai penyelidikan ini menerusi geran IRPA (No. 03-02-5-7005). Seterusnya, ucapan penghargaan ditujukan kepada Institut Teknologi Nuklear Malaysia (MINT) yang membenarkan penggunaan alatan untuk sebahagian kerja penyelidikan. Penghargaan turut ditujukan kepada Universiti Teknologi Petronas (UTP) di atas segala sokongan dan kerjasama yang diberikan pada peringkat akhir pengajian. Tidak lupa juga untuk semua individu yang telah memberikan kerjasama dalam melaksanakan kerja-kerja penyelidikan ini, terima kasih diucapkan.

Paling utama, penghargaan yang tidak terucap untuk suami yang tersayang, Zulkifli Mohd. Rosli di atas semangat, dorongan, cabaran, kerjasama dan pengorbanan yang tidak terhitung untuk menjayakan pengajian ini. Istimewa untuk buah hati ibu, Ahmad Akmal Hazim, inilah hasil kerja kita bersama. Akhir sekali, kepada seluruh anggota keluarga, terima kasih di atas doa restu yang diberikan. Semoga kebahagiaan dunia dan akhirat menjadi milik kita, Amin.

Jariah Mohamad Juoi,

UTP, September 2000

ABSTRAK

Kesan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ ke atas penghabluran kaca kalsium fosfat merupakan suatu kajian awal ke atas sistem kaca berkenaan. Sistem kaca ini menjadi semakin penting dan menarik untuk dikaji berikutan keupayaannya bertindak sebagai bahan bioseramik. Kajian telah dimulakan dengan kerja-kerja penghasilan kaca kalsium fosfat dengan empat komposisi teori nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ iaitu 0.85, 0.95, 1.10 dan 1.20. Hasil peleburan kemudiannya dianalisis menggunakan analisis pembelauan sinar-X (XRD), analisis pendafluor sinar-X (XRF) dan analisis terma pembezaan (DTA). Seterusnya, seramik kaca kalsium fosfat dihasilkan melalui proses olahan haba pada suhu 600°C . Dua tempoh olahan haba telah digunakan iaitu 24 jam dan 48 jam. Sementara itu, dua kadar kenaikan suhu ($10^\circ\text{C}/\text{min}$ dan $2^\circ\text{C}/\text{min}$) semasa olahan haba turut diselidiki kesannya ke atas penghabluran kaca kalsium fosfat. Seramik kaca yang terhasil telah diteliti melalui analisis penentuan peratus penghabluran, pengecaman fasa hablur, pengenalpastian mikrostruktur dan ujian kekerasan. Melalui penyelidikan ini, didapati sistem binari kaca kalsium fosfat mengalami penghabluran jenis permukaan. Didapati, nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ merupakan faktor paling utama yang menentukan hasil penghabluran sistem kaca berkenaan. Ia mempengaruhi peratus, jenis dan rupabentuk hablur yang hadir. Parameter tersebut turut menentukan kestabilan kimia seramik kaca yang dihasilkan. Secara am, semakin meningkat nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ semakin mudah berlakunya penghabluran. Rupabentuk hablur di dalam seramik kaca pula berubah daripada bentuk gentian kepada butiran. Selain daripada itu, kestabilan kimia dan nilai kekerasan seramik kaca juga didapati meningkat dengan meningkatnya nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ yang digunakan.

THE EFFECT OF THE CaO TO P₂O₅ MOL RATIO ON THE CRYSTALLISATION OF CALCIUM PHOSPHATE GLASS.

ABSTRACT

The effect of the CaO to P₂O₅ mole ratio on the crystallisation of Calcium phosphate glass is the first study based on the CaO/P₂O₅ glass system. The investigation on this system is of interest due to its capability to be used as a bioceramic material. In the first stage of the research, phosphate glasses with theoretical composition of 0.85, 0.95, 1.10 and 1.20 mol ratios were produced. Then, they were analysed using X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescent (XRF) and differential thermal analyses (DTA). Next, they were heat-treated at 600°C for 24 hours and 48 hours to produce calcium phosphate glass ceramic. The effects of two different rates of temperature increase on the crystallisation of calcium phosphate glass were investigated during this process. The percentage of crystallisation, the crystal phases and the microstructure of the glass ceramic produced were then determined. From this research it has been found that the binary system of calcium phosphate glass undergoes surface crystallisation. It was also found that the mole ratio of CaO to P₂O₅ is the main factor in determining the end result of the crystallisation process. This parameter affects the percentage of crystallisation, types of crystal present and the crystal microstructure. It's also ensuring the chemical stability of the glass ceramic produced. In general, as the mole ratios of CaO to P₂O₅ increase, the crystallisation process will be much easier and the microstructure revealed changed from fibrous to granular. Also, the chemical stability and the hardness of glass ceramic produced is improved with the increase of CaO to P₂O₅ mole ratios in the glass ceramic.

SENARAI RAJAH

- Rajah 1.1 Carta alir pendekatan penyelidikan.
- Rajah 2.1 Kurva kadar penukleusan dan pertumbuhan hablur.
- Rajah 3.1 Profil peleburan kelompok bahan mentah kaca fosfat.
- Rajah 4.1 Gambarajah Fasa CaO-P₂O₅.
- Rajah 4.2 Keamatan serakan sinar-X melawan sudut 2θ bagi kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.85
- Rajah 4.3 Keamatan serakan sinar-X melawan sudut 2θ bagi kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.95
- Rajah 4.4 Keamatan serakan sinar-X melawan sudut 2θ bagi kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.10
- Rajah 4.5 Keamatan serakan sinar-X melawan sudut 2θ bagi kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.20
- Rajah 4.6 Perbandingan lengkung serakan sinar-X oleh pepejal hablur, pepejal amorfus dan gas monoatom.
- Rajah 4.7 Perubahan terma bagi kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.85
- Rajah 4.8 Perubahan terma bagi kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.95
- Rajah 4.9 Perubahan terma bagi kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.10

- Rajah 4.10 Perubahan terma bagi kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.20
- Rajah 4.11 Peratus penghabluran dalam kaca kalsium fosfat yang diolah haba selama 24 jam dan 48 jam dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Rajah 4.12 Mikrostruktur sampel seramik kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.85
- Rajah 4.13 Mikrostruktur sampel seramik kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.95
- Rajah 4.14 Mikrostruktur sampel seramik kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.10
- Rajah 4.15 Mikrostruktur sampel seramik kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.20
- Rajah 4.16 Mikrograf permukaan patah sampel yang diolah haba selama 24 jam pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Rajah 4.17 Mikrograf permukaan patah sampel yang diolah haba selama 48 jam pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Rajah 4.18 Mikrograf permukaan digilap sampel yang diolah haba selama 24 jam dan 48 jam pada 600°C dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Rajah 4.19 Nilai purata kekerasan Knoop sampel seramik kaca kalsium fosfat yang dihasilkan melalui olahan haba pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Rajah 4.20 Peratus penghabluran bagi seramik kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.10

- Rajah 4.21 Peratus penghabluran bagi seramik kaca dengan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ 1.20
- Rajah 4.22 Mikrostruktur permukaan patah sampel yang diolah haba selama 24 jam dan 48 jam pada 600°C dengan kadar kenaikan suhu $2^\circ\text{C}/\text{min}$.
- Rajah 4.23 Mikrograf permukaan digilap sampel yang diolah haba selama 24 jam dan 48 jam pada 600°C dengan kadar kenaikan suhu $2^\circ\text{C}/\text{min}$.

SENARAI JADUAL

- Jadual 2.1 Pengkelasan bioseramik
- Jadual 2.2 Kegunaan bahan bioseramik dalam bidang perubatan
- Jadual 3.1 Komposisi kaca mengikut nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$
- Jadual 3.2 Komposisi bahan mentah yang digunakan untuk menghasilkan kaca mengikut nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$
- Jadual 4.1 Peratus komposisi kaca kalsium fosfat.
- Jadual 4.2 Perbandingan peratus komposisi CaO dan P_2O_5 dalam kaca fosfat secara teori dan yang terhasil melalui peleburan kelompok bahan mentah.
- Jadual 4.3 Jenis peralatan platinum dan suhu maksimum operasi.
- Jadual 4.4 Peratus komposisi kaca kalsium fosfat set B.
- Jadual 4.5 Perbandingan peratus komposisi kaca fosfat secara teori dengan yang terhasil melalui peleburan kelompok bahan mentah.
- Jadual 4.6 Keputusan analisis terma sehingga suhu 1000°C bagi kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ 0.85, 0.95, 1.10 dan 1.20.
- Jadual 4.7 Peratus penghabluran bagi sampel kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ yang berbeza dan telah diolah haba selama 24 jam dan 48 jam.
- Jadual 4.8 Pemerhatian cara sampel kaca kalsium fosfat menghancurkan dengan setiap nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ selepas diolah haba selama 24 jam.
- Jadual 4.9 Pemerhatian cara sampel kaca kalsium fosfat menghancurkan dengan setiap nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ selepas diolah haba selama 48 jam

- Jadual 4.10 Fasa pepejal yang wujud dalam sampel seramik kaca hasil olahan haba kaca kalsium fosfat selama 24 jam dan 48 jam ($10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) bagi nisbah $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ yang tertentu.
- Jadual 4.11 Nilai kekerasan Knoop (100gf) bagi sampel seramik kaca kalsium fosfat.
- Jadual 4.12 Fasa hablur yang hadir dalam seramik kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ 1.10 dan 1.20.
- Jadual 4.13 Peratus hablur dalam seramik kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ 1.10 dan 1.20.
- Jadual 4.14 Nilai kekerasan purata Vickers (200gf) bagi sampel seramik kaca kalsium fosfat yang terhasil dengan kadar kenaikan suhu $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.
- Jadual 4.15 Nilai kekerasan purata Vickers (200gf) bagi sampel seramik kaca kalsium fosfat yang terhasil dengan kadar kenaikan suhu $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

SENARAI LAMPIRAN

- Lampiran 1 Graf keamatan serakan melawan sudut 2θ yang digunakan dalam analisis penentuan peratus penghabluran bagi setiap set kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.85, 0.95, 1.10 dan 1.20 selepas diolah haba pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Lampiran 2 Contoh pengiraan peratus penghabluran bagi kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.95 yang telah diolah haba selama 24 jam dan 48 jam dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Lampiran 3 Graf keamatan serakan melawan sudut 2θ yang digunakan dalam analisis pengecaman fasa hablur bagi setiap sampel seramik kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 0.85, 0.95, 1.10 dan 1.20 selepas diolah haba pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 10°C/min.
- Lampiran 4 Fail ICDD bagi analisis pengecaman fasa hablur dalam seramik kaca kalsium fosfat.
- Lampiran 5 Graf keamatan serakan melawan sudut 2θ yang digunakan dalam analisis pengecaman fasa hablur bagi setiap sampel seramik kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.10 dan 1.20 selepas diolah haba pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 2°C/min.
- Lampiran 6 Graf keamatan serakan melawan sudut 2θ yang digunakan dalam analisis penentuan peratus penghabluran bagi setiap set kaca dengan nisbah mol CaO/P₂O₅ 1.10 dan 1.20 selepas diolah haba pada suhu 600°C dengan kadar kenaikan suhu 2°C/min.

KANDUNGAN

	Muka surat
TAJUK	i
PENGHARGAAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
SENARAI RAJAH	v
SENARAI JADUAL	viii
SENARAI LAMPIRAN	x
KANDUNGAN	xi
BAB 1: PENGENALAN	1-12
1.1 Kaca Kalsium Fosfat	1
1.2 Kepentingan Kaca Kalsium Fosfat	2
1.3 Latar Belakang Kajian	3
1.4 Objektif Kajian	7
1.5 Pendekatan Penyelidikan	8
BAB 2: KAJIAN PERSURATAN	13-36
2.1 Bahan Bioseramik Secara Am	13
2.2 Jenis Tindakbalas Di Dalam Badan	13
2.3 Pengelasan Bahan Bioseramik	15
2.4 Kegunaan Bahan Bioseramik	16

2.5	Kalsium Fosfat Sebagai Bahan Bioseramik	17
2.6	Penggunaan Kaca Bioseramik Di Dalam Badan	19
2.7	Komposisi Kaca Bioseramik	22
2.8	Penghabluran Kaca Kalsium Fosfat	24
2.9	Teori Penghasilan Keramik Kaca	27
2.9.1	Bahan Mentah Dan Penyediaan Kelompok Kaca	28
2.9.2	Peleburan	29
2.9.3	Pembentukan	29
2.9.4	Olahan Haba	30
2.9.4.1	Proses Olahan Haba Dua Peringkat	31
2.9.5	Teori Penukleusan	33
BAB 3: BAHAN MENTAH, PERALATAN DAN TATACARA		37-69
3.1	Pengenalan	37
3.2	Bahan Mentah	37
3.2.1	Kalsium Bis Dihidrogen Fosfat Monohidrat	37
3.2.2	Kalsium Karbonat	38
3.2.3	Asid Fosforik	38
3.2.4	Asid Hidroklorik Cair	38
3.2.5	Kalium Iodida	39
3.2.6	Resin	39
3.2.7	Bahan Pengeras	39
3.3	Peralatan	40

3.3.1	Peralatan Peleburan dan Penuangan Kaca	40
3.3.1.1	Mangkuk Lebur Alumina	40
3.3.1.2	Mangkuk Lebur Platinum	41
3.3.1.3	Penyepit Keluli	42
3.3.1.4	Plat Keluli	42
3.3.1.5	Bata Refraktori	42
3.3.1.6	Pakaian Keselamatan	43
3.3.1.7	Relau	43
3.3.2	Peralatan Mencuci Mangkuk Lebur	44
3.3.3	Peralatan Proses Olahan Haba	44
3.3.3.1	Relau Olahan Haba	44
3.3.3.2	Mesin Pemotong Spesimen	45
3.3.3.3	Bekas Alumina	45
3.3.4	Peralatan Analisis Yang Dijalankan	45
3.3.4.1	Peralatan Analisis Terma Pembezaan (DTA)	45
3.3.4.2	Peralatan Analisis Pembelauan Sinar-X (XRD)	46
3.3.4.3	Peralatan Analisis Pendarfluor Sinar-X (XRF)	46
3.3.4.4	Peralatan Analisis Mikroskop Optik	46
3.3.4.5	Peralatan Analisis Mikroskop Elektron Imbasan	47
3.3.4.6	Peralatan Analisis Kekerasan	47
3.4	Tatacara Eksperimen	48
3.4.1	Tatacara Penyediaan Komposisi Kaca Dan Peleburannya	48
3.4.2	Tatacara Menentukan Komposisi Kaca Kalsium Fosfat	52

3.4.2.1	Konsep Operasi Alat XRF	53
3.4.2.2	Penentuan Ketulenan	53
3.4.3	Tatacara Pencucian Mangkuk Lebur Platinum	54
3.4.4	Tatacara Analisis Terma Pembezaan	57
3.4.5	Tatacara Proses Penghabluran Kaca Kalsium Fosfat	57
3.4.6	Tatacara Pengecaman Fasa Hablur Dalam Hasilan Kaca Kalsium Fosfat Yang Telah Diolah Haba	58
3.4.6.1	Prinsip Operasi	60
3.4.7	Tatacara Penentuan Peratus Penghabluran Yang Hadir Dalam Sampel Kaca Kalsium Fosfat Yang Telah Diolah Haba	61
3.4.8	Tatacara Pemerhatian Mikrostruktur Sampel Seramik Kaca Kalsium Fosfat Menggunakan Mikroskop Optik	64
3.4.9	Tatacara Penelitian Mikrostruktur Menggunakan Analisis Elektron Imbasan	66
3.4.10	Tatacara Ujian Mikrokekeraan	67
BAB 4: KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN		70-140
4.1	Pengenalan	70
4.2	Peleburan Kaca Menggunakan Mangkuk Lebur Alumina	70
4.2.1	Keputusan	71
4.2.2	Perbincangan	71
4.3	Penentuan Komposisi Kaca Kalsium Fosfat Set A Menggunakan Analisis XRF	74

4.3.1 Keputusan	74
4.3.2 Perbincangan	74
4.4 Peleburan Kaca Menggunakan Mangkuk Lebur Platinum	78
4.4.1 Keputusan	78
4.4.2 Perbincangan	78
4.5 Penentuan Peratus Komposisi Kaca Kalsium Fosfat Set B Menggunakan Analisis XRF	82
4.5.1 Keputusan	83
4.5.2 Perbincangan	83
4.6 Pengesahan Penghasilan Kaca Kalsium fosfat Melalui Analisis XRD	85
4.6.1 Keputusan	85
4.6.2 Perbincangan	87
4.7 Analisis Terma Pembezaan	89
4.7.1 Keputusan	90
4.7.2 Perbincangan	92
4.8 Penentuan Peratus Penghabluran Dalam Sampel Kaca Kalsium Fosfat Yang Telah Diolah Haba	97
4.8.1 Keputusan	98
4.8.2 Perbincangan	99
4.9 Pengecaman Fasa Hablur dalam Hasil Kaca Kalsium Fosfat Yang Telah Diolah Haba	102
4.9.1 Keputusan	103
4.9.2 Perbincangan	105

4.10	Pemerhatian Mikrostruktur Sampel Seramik Kaca Kalsium Fosfat Menggunakan Mikroskop Optik	109
4.10.1	Perbincangan	110
4.11	Penelitian Mikrostruktur Seramik Kaca menggunakan Mikroskop Elektron Imbasan	114
4.11.1	Perbincangan	115
4.12	Ujian Kekerasan	124
4.12.1	Keputusan	125
4.12.2	Perbincangan	125
4.13	Kajian Ke Atas Seramik Kaca Kalsium Fosfat Yang Dihasilkan Melalui Olahan Haba Pada 600°C Dengan Kadar Kenaikan Suhu 2°C/min Selama 24 Jam dan 48 Jam	129
4.13.1	Analisis Pengecaman Fasa	130
4.13.1	Keputusan	130
4.13.2	Perbincangan	131
4.13.2	Analisis Penentuan Peratus Penghabluran	132
4.13.2.1	Keputusan	132
4.13.2.2	Perbincangan	132
4.13.3	Analisis Mikrostruktur	135
4.13.4	Ujian Kekerasan	137
4.13.4.1	Keputusan	138
4.13.4.2	Perbincangan	139

BAB 5: KESIMPULAN	141-147
5.1 Pengenalan	141
5.2 Kesimpulan	141
5.3 Masalah-masalah Pelaksanaan Kajian	146
5.4 Cadangan Kajian Masa Hadapan	147
RUJUKAN	148-151
LAMPIRAN	152-181
<i>Lampiran 1</i>	152-160
<i>Lampiran 2</i>	161-165
<i>Lampiran 3</i>	166-170
<i>Lampiran 4</i>	171-173
<i>Lampiran 5</i>	174-176
<i>Lampiran 6</i>	177-181

BAB 1

PENGENALAN

1.1 Kaca Kalsium Fosfat

Secara umum, terdapat dua komponen utama dalam kaca kalsium fosfat yaitu oksida kalsium (CaO) dan oksida fosforus (P_2O_5). Kaca ini berupaya dihasilkan berikutan sifat pembentuk kaca yang ada pada P_2O_5 (James, 1995). Fungsi P_2O_5 adalah sama seperti fungsi silika (SiO_2) dalam kaca silikat. Kaca kalsium fosfat mempunyai struktur jaringan tiga dimensi yang terbina daripada rangkaian bongkah binaan asas tetrahedra fosforus-oksigen (PO_4). Di dalam struktur ini, setiap unit tetrahedra PO_4 bercantum dengan tiga unit tetrahedra yang lain (Hoppe, 1996).

Berikutan dengan keupayaan pembentukan sistem kaca daripada unsur kalsium dan fosforus, maka suatu sistem seramik kaca boleh dihasilkan daripadanya. Proses penghasilan ini melibatkan olahan haba pada suhu yang bersesuaian. Selalunya, suhu dipilih di sekitar suhu peralihan kaca bagi menjamin proses penghabluran boleh berlaku dalam sistem kaca berkenaan. Di samping itu, peneakan olahan haba boleh dilakukan keatas kaca yang berbentuk pukal atau pun padatan serbuk. Namun, cara yang lebih lazim adalah olahan haba ke atas kaca yang berbentuk pukal. Walau bagaimanapun, penggunaan padatan serbuk kaca semakin mendapat sambutan berikutan kelebihan yang ada padanya. Kelebihan yang paling utama adalah keupayaan menghasilkan produk yang rumit dengan cara yang lebih mudah.

1.2 Kepentingan Kaca Kalsium Fosfat.

Sistem kaca kalsium fosfat mempunyai kegunaan yang terhad berbanding dengan sistem kaca silikat yang sememangnya sudah dikenalpasti mempunyai kegunaan yang meluas dalam kehidupan seharian. Oleh itu, sistem kaca kalsium fosfat tidak dibincangkan dengan meluas dalam kajian-kajian yang terdahulu. Walau bagaimanapun, akhir-akhir ini, penyelidikan mengenai sistem kaca berkenaan menjadi semakin penting dan menarik minat para penyelidik di seluruh dunia. Perkembangan ini berlaku berikutan keupayaan yang ditunjukkan oleh sistem kaca tersebut sebagai bahan bioseramik.

Keupayaan sistem kaca kalsium fosfat memenuhi tuntutan sifat kekuatan, keserasian tubuh dan kebolehmesinan yang tinggi menjadikan ia pilihan yang tepat sebagai bahan bioseramik (Hench, 1991). Ciri-ciri ini wujud pada sistem kaca tersebut berikutan dengan komposisi utamanya yang sama seperti kandungan mineral di dalam tulang manusia (Lavernia & Schoenung, 1991). Ini menjadikan ia serasi digunakan di dalam badan. Keupayaan inilah yang menjadikan sistem kaca kalsium fosfat lebih istimewa berbanding dengan sistem kaca yang lain. Justeru itu, ia dipilih sebagai bahan kajian. Di antara contoh-contoh kegunaan kaca dan seramik kaca kalsium fosfat adalah sebagai bahan penggantian tulang, pembaik pulih alat-alat prostetik, penglitup dalam kegunaan ortopedik dan bahan implan di dalam bidang pergigian (Day, 1995). Walau bagaimanapun, jenis penggunaan kaca kalsium fosfat di dalam badan adalah tertakluk kepada komposisi keseluruhan sistem kaca tersebut. Perbincangan lebih lanjut mengenai kenyataan ini akan disentuh dengan lebih mendalam dalam bab kajian persuratan.

Selain daripada penggunaan kaca dan seramik kaca kalsium fosfat di dalam bidang bioseramik, ia turut digunakan dalam industri logam, elektronik dan kimia. Dalam industri logam, seramik kaca kalsium fosfat yang dihasilkan melalui pembenihan hablur menggunakan unsur platinum digunakan sebagai bahan pelekat kepada logam yang mempunyai sifat pengembangan yang tinggi (James, 1995). Sementara itu, seramik kaca kalsium fosfat ($P_2O_5-CaO-Al_2O_3-B_2O_3$) pula digunakan sebagai bahan pelekat dan pencahayaan pada suhu tinggi. Manakala dalam industri elektronik, sistem seramik kaca berasaskan BPO_4-SiO_2 yang mempunyai sifat kerintangan dan dielektrik yang cemerlang digunakan sebagai bahan pembungkus elektronik. Selain daripada itu, dalam bidang kimia, sistem seramik kaca kalsium fosfat yang boleh dihakis telah digunakan untuk menghasilkan bahan berliang. Bahan berliang ini digunakan sebagai pemangkin, lapisan pemisah dan penderia gas (James, 1995).

1.3 Latar Belakang Kajian.

Kaca kalsium fosfat telah dipilih sebagai bidang penyelidikan berhubung dengan keupayaan yang ditunjukkan olehnya dalam bidang bioseramik. Komposisinya yang utama iaitu kalsium dan fosforus adalah sama dengan kandungan mineral di dalam tulang. Ini menjadikan ia serasi digunakan dalam badan manusia. Walau bagaimanapun, penggunaannya dalam bidang bioseramik bergantung kepada sifat yang ditunjukkan oleh sistem kaca atau seramik kaca tersebut apabila dimasukkan ke dalam badan. Di sini, sifat sistem kaca mahu pun seramik kaca yang digunakan adalah bergantung kepada komposisi dan sifat akhir sistem berkenaan. Penyelidikan terdahulu menunjukkan kepelbagaian komposisi kaca dan seramik kaca kalsium fosfat dalam usaha mencapai keperluan penggunaan. Contoh komposisi dan kegunaan yang telah

dikenal pasti dibincangkan dengan lebih lanjut dalam bab kajian persuratan. Dalam kajian ini, penyelidikan yang dijalankan hanya melibatkan kaca kalsium fosfat yang mempunyai sistem binari. Ini bermaksud kaca kalsium fosfat yang dikaji hanya mengandungi unsur oksida kalsium dan fosforus sahaja. Kaca ini dipilih kerana ia merupakan asas kepada sistem kaca kalsium fosfat multi komponen. Justeru itu, pemahaman yang diperolehi daripada kajian ini dapat membantu ke arah pemahaman tentang sistem kaca kalsium fosfat yang lain.

Kesan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ ke atas penghabluran kaca kalsium fosfat merupakan suatu kajian awal ke atas sistem kaca berkenaan. Proses penghabluran yang berlaku dalam suatu sistem kaca akan menghasilkan seramik kaca. Sistem seramik kaca mempunyai ciri-ciri yang lebih menyerlah dan menarik berbanding sistem seramik konvensional (James, 1995). Kelebihan yang utama adalah kepelbagaian kaedah pembentukan. Ini disebabkan oleh penghasilan sistem tersebut daripada kaca telah membolehkan kesemua cara penghasilan kaca digunakan. Beberapa contoh kaedah yang boleh digunakan adalah penuangan, peniupan, penekanan dan penggelekan. Di samping itu, penggunaan kaedah baru iaitu pensinteran serbuk kaca telah menambahkan alternatif kaedah pembentukan yang sedia ada. Selain daripada itu, sistem seramik kaca juga mempunyai keseragaman mikrostruktur yang lebih tinggi, ketiadaan liang dan perubahan isipadu yang kecil semasa berlaku pertukaran kaca kepada seramik kaca.

Seperti yang dinyatakan, seramik kaca terhasil melalui penghabluran terkawal yang berlaku dalam suatu sistem kaca. Penghabluran ini terjadi apabila olahan haba dikenakan ke atas kaca berkenaan. Proses olahan haba adalah kenaan haba pada suhu

yang bersesuaian dalam suatu tempoh yang tertentu. Untuk menghasilkan seramik kaca, terdapat dua kaedah olahan haba yang boleh dilakukan ke atas kaca yang dikaji iaitu olahan haba satu peringkat dan olahan haba dua peringkat. Olahan haba satu peringkat melibatkan kenaikan haba pada satu suhu sahaja. Suhu yang dipilih adalah suhu yang membolehkan pembenihan dan pertumbuhan hablur sekaligus. Manakala olahan haba dua peringkat melibatkan pemanasan kaca kepada suhu penukleusan sebelum pemanasan seterusnya ke suhu penghabluran. Dalam kajian ini, olahan haba yang dikenakan ke atas kaca yang terhasil adalah olahan haba satu peringkat. Langkah ini diambil merujuk kepada kajian terdahulu yang menunjukkan bahawa kaca kalsium fosfat binari berupaya menghablur apabila olahan haba satu peringkat dilakukan pada suhu yang bersesuaian (Abe, 1996). Selain daripada itu, olahan haba boleh dilakukan ke atas kaca yang berbentuk pukal mahu pun serbuk. Walau bagaimanapun, kerja penyelidikan yang dijalankan hanya melibatkan kenaikan haba ke atas kaca yang berbentuk pukal.

Sepanjang pelaksanaan kajian, beberapa parameter telah diselidiki berhubung kesannya ke atas proses penghabluran kaca kalsium fosfat. Parameter-parameter tersebut adalah nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$, tempoh olahan haba dan kadar kenaikan suhu semasa olahan haba dikenakan. Di antara parameter-parameter yang dikaji, nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ merupakan parameter terpenting yang diselidiki kesannya. Ini kerana nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ menentukan kelakuan implan kaca dan seramik kaca kalsium fosfat di dalam badan manusia (Lavernia & Schoenung, 1991). Sementara itu, parameter tempoh dan kadar kenaikan suhu olahan haba menentukan peratusan hablur kalsium fosfat yang terbentuk dalam seramik kaca yang dihasilkan (James, 1989). Parameter tersebut juga mempengaruhi mikrostruktur seramik kaca yang dihasilkan. Justeru itu,

penelitian tentang kesan parameter yang penting dalam proses penghabluran kaca kalsium fosfat ini dapat memberikan maklumat yang berguna untuk menghasilkan seramik kaca yang baik dan menunjukkan ciri-ciri yang diinginkan untuk keperluan penggunaan kelak.

Penyelidikan telah dimulakan dengan kerja-kerja penghasilan kaca melalui peleburan bahan mentah yang bersesuaian. Seterusnya, penelitian hasil leburan yang diperolehi telah dilakukan. Bahan mentah yang telah digunakan adalah kalsium bis-hidrogen fosfat monohidrat ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), kalsium karbonat (CaCO_3) dan asid fosforik (H_3PO_4). Kaca kalsium fosfat dengan nisbah mol teori $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ 0.85, 0.95, 1.10 dan 1.20 telah dihasilkan menggunakan kelompok bahan mentah yang bertepatan. Kerja-kerja penelitian hasil peleburan kaca pula melibatkan analisis pembelauan sinar-X (XRD), pendarfluor sinar-X (XRF) dan analisis pembezaan terma (DTA). Seterusnya, kajian diteruskan dengan penghasilan sistem seramik kaca kalsium fosfat melalui proses olahan haba pada suhu yang bersesuaian. Dalam kajian ini, olahan haba pada suhu 600°C telah dikenakan ke atas kaca kalsium fosfat dalam bentuk pukal. Suhu ini dipilih berdasarkan keputusan analisis terma yang dilakukan ke atas setiap kaca dengan nisbah mol $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ yang dikaji. Merujuk kepada keputusan analisis tersebut, suhu 600°C didapati berada di atas suhu peralihan kaca bagi setiap kaca yang digunakan. Oleh itu, ia sesuai untuk membolehkan penghabluran berlaku dalam setiap kaca yang diolah haba. Ini kerana olahan haba yang dilakukan pada suhu yang berhampiran dengan suhu peralihan kaca ($T_g - 50^\circ\text{C}$ sehingga ke $T_g + 80^\circ\text{C}$) telah dikenalpasti membolehkan penghabluran berlaku dalam sistem kaca kalsium fosfat (Abe, 1984).

Dalam proses olahan haba, terdapat dua parameter yang dikaji kesannya terhadap penghabluran kaca kalsium fosfat. Parameter berkenaan adalah tempoh dan kadar kenaikan suhu semasa olahan haba. Tempoh olahan haba yang telah dikenakan ke atas setiap sampel adalah 24 jam dan 48 jam. Sementara kadar kenaikan suhu pula adalah $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ dan $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Langkah pengenaaan olahan haba ini telah menghasilkan seramik kaca kalsium fosfat.

Seterusnya, kajian dilanjutkan dengan meneliti seramik kaca kalsium fosfat yang terhasil. Kerja-kerja yang terlibat adalah penentuan peratus penghabluran, pengecaman fasa hablur, pengenalpastian mikrostruktur dan penilaian sifat mekanikal melalui ujian kekerasan yang dilakukan. Ringkasnya, penyelidikan ini melibatkan penghasilan kaca binari kalsium fosfat, pengenaaan olahan haba untuk menghasilkan sistem seramik kaca. Kemudian, kesan parameter yang dikaji ke atas proses penghabluran telah diteliti. Selepas itu, kajian dilanjutkan dengan mengenalpasti sifat mekanikal yang dipamerkan oleh seramik kaca tersebut. Akhirnya hubungkait di antara komposisi sistem kaca, ciri penghabluran dan sifat mekanikal seramik kaca yang dihasilkan dapat difahami dengan jelas.

1.4 Objektif Kajian.

Kajian telah dilaksanakan berdasarkan beberapa objektif yang jelas dan tepat. Langkah ini memudahkan kerja-kerja penyelidikan. Ia membantu pemilihan kaedah yang bersesuaian bagi menjayakan kerja-kerja tersebut. Objektif-objektif itu adalah:

1. Menghasilkan kaca kalsium fosfat tulen dengan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ yang semakin meningkat.
2. Mengkaji proses penghabluran kaca kalsium fosfat apabila olahan haba dikenakan ke atas sampel kaca yang berbentuk pukal.
3. Melihat kesan parameter yang dikaji ke atas penghabluran kaca kalsium fosfat. Parameter tersebut adalah nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$, tempoh olahan haba dan kadar kenaikan suhu semasa olahan haba dikenakan.
4. Meneliti mikrostruktur seramik kaca yang terhasil untuk melihat kesan parameter kajian terhadap rupabentuk seramik kaca yang terhasil.
5. Menguji sifat mekanikal seramik kaca melalui ujian kekerasan yang dilakukan.

1.5 Pendekatan penyelidikan.

Merujuk kepada objektif yang telah ditetapkan, beberapa langkah telah diambil untuk memastikan ia boleh dicapai. Langkah-langkah tersebut adalah:

1. Peleburan kelompok bahan mentah kaca kalsium fosfat dengan komposisi yang bersesuaian untuk menghasilkan kaca dengan nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ yang semakin meningkat. Dalam kajian ini, bahan mentah yang digunakan adalah kalsium bis-hidrogen fosfat monohidrat, asid fosforik dan kalsium karbonat. Sementara itu, empat nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ secara teori telah dipilih iaitu 0.85, 0.95, 1.10 dan 1.20. Oleh itu, kelompok bahan mentah yang digunakan adalah berdasarkan kepada pengiraan teori bagi menghasilkan kaca kalsium fosfat dengan nisbah yang disebutkan. Selain daripada itu, pemilihan kelompok

bahan mentah yang dilebur juga adalah berdasarkan kemampuan relau peleburan yang digunakan. Oleh kerana suhu maksimum relau yang digunakan adalah 1300°C, maka komposisi kaca yang dipilih adalah komposisi yang boleh lebur pada suhu 1200°C. Ini memastikan proses lebur boleh dilakukan dengan selamat dalam relau berkenaan. Di samping itu, peleburan telah dilakukan dalam dua jenis mangkuk lebur. Pertama, mangkuk lebur alumina telah digunakan. Oleh kerana hasil peleburan tidak menepati keperluan kajian maka peleburan telah diulangi dengan menggunakan mangkuk lebur platinum.

2. Analisis pencirian ke atas hasil peleburan kelompok bahan mentah. Langkah ini diambil untuk memastikan hasil peleburan adalah kaca kalsium fosfat tulen yang mempunyai nisbah mol $\text{CaO/P}_2\text{O}_5$ yang semakin meningkat. Analisis yang telah dilakukan adalah analisis pembelauan sinar-X (XRD) dan pendarfluor sinar-X (XRF). Melalui analisis XRD, hasil peleburan dipastikan mempunyai corak pembelauan amorfus yang berpadanan dengan fasa kaca yang wujud di dalamnya. Sementara keputusan analisis XRF memastikan komposisi kaca adalah oksida kalsium dan fosforus sahaja. Ini penting untuk mengelakkan sebarang unsur pencemaran dalam kaca kalsium fosfat yang dihasilkan. Kemudian, analisis terma pembezaan (DTA) dijalankan ke atas setiap kaca kalsium fosfat yang telah menepati kehendak kajian. Langkah ini penting untuk mendapatkan suhu peralihan kaca bertujuan untuk mendapatkan suhu olahan haba yang sesuai bagi kerja penyelidikan yang selanjutnya.
3. Penghabluran kaca kalsium fosfat melalui proses olahan haba pada suhu 600°C. Olahan haba telah dikenakan selama 24 jam dan 48 jam. Sementara

kadar kenaikan suhu adalah $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ dan $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Kesan setiap parameter diperhatikan ke atas seramik kaca yang dihasilkan. Pada mulanya, olahan haba dilakukan dengan kadar kenaikan suhu $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Walau bagaimanapun, setelah didapati seramik kaca yang dihasilkan mengalami retakan halus, maka kadar kenaikan suhu yang lebih rendah telah digunakan dalam kajian.

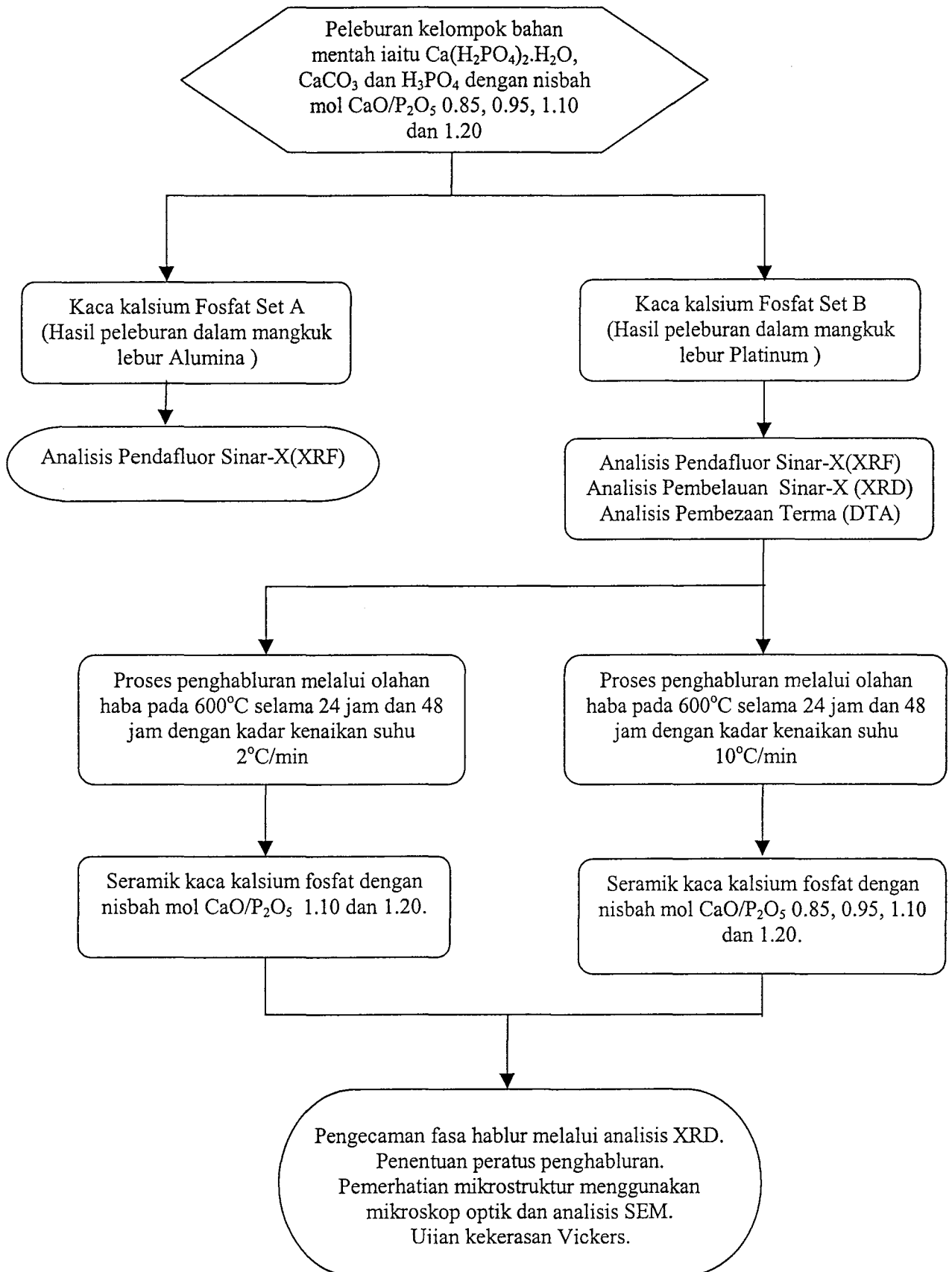
4. Pengiraan peratus penghabluran yang hadir dalam setiap sampel seramik kaca yang telah dihasilkan. Pengiraan ini menggunakan kaedah Ohlberg dan Strickler (1962). Kaedah ini menggunakan pengurangan peratus fasa amorfus yang hadir dalam sampel seramik kaca yang dihasilkan daripada kaca sebagai rujukan terhadap hablur yang telah wujud dalam sistem berkenaan. Untuk melakukan pengiraan, graf keamatan serakan sinar-X melawan sudut 2θ bagi kaca kalsium fosfat, seramik kaca yang terhasil selepas olahan haba dan kelompok bahan mentah komposisi kaca berkenaan adalah diperlukan. Melalui pengurangan keamatan serakan amorfus yang diperhatikan pada sudut 2θ yang sama pada setiap sampel, pengiraan peratus hablur telah ditentukan menggunakan formula khusus yang dinyatakan dalam teori ini.
5. Pengecaman fasa hablur yang hadir dalam seramik kaca kalsium fosfat yang terhasil selepas olahan haba. Untuk mengenalpasti hablur yang wujud, analisis pembelauan sinar-X (XRD) telah dilaksanakan pada setiap sampel. Melalui corak serakan yang dipamerkan, fasa hablur ditentukan merujuk kepada fail ICDD (JCPDS). Selain daripada itu, maklumat awal mengenai cara bagaimana kaca kalsium fosfat menghablur telah dapat diketahui melalui langkah

pemerhatian cara sampel menghancurkan ketika langkah penyediaan sampel untuk analisis XRD dilakukan.

6. Pemerhatian mikrostruktur menggunakan mikroskop optik dan analisis mikroskop elektron imbasan (SEM). Melalui analisis mikrostruktur ini, cara penghabluran kaca kalsium fosfat telah dapat dikenalpasti. Kerja penelitian menggunakan mikroskop optik telah memberikan pendedahan awal tentang corak penghabluran kaca. Selanjutnya, analisis yang dibuat menggunakan SEM memperkukuhkan lagi pemahaman kerana cara penghabluran dianalisis menggunakan kuasa pembesaran yang lebih tinggi. Selain daripada itu, analisis juga telah dilakukan pada tiga permukaan iaitu permukaan yang digilap, permukaan patah dan permukaan yang dipunat.

7. Penentuan ciri mekanikal menggunakan ujian kekerasan. Dalam kajian ini, ujian mikrokekerasan Knoop didapati paling sesuai dilakukan ke atas sampel seramik kaca yang telah dihasilkan. Ujian ini terpilih kerana ia tidak memerlukan spesimen piawai sebagaimana yang diperlukan oleh ujian mekanikal yang lain. Ini kerana kuantiti hasil peleburan yang amat sedikit menghalang penyediaan bentuk sampel piawai yang diperlukan untuk ujian-ujian mekanikal yang lain seperti ujian kekuatan tegangan, mampatan dan modulus kenyal.

Secara ringkasnya, pendekatan penyelidikan yang telah diambil adalah seperti yang ditunjukkan dalam rajah 1.1 di bawah.



Rajah 1.1: Carta alir pendekatan penyelidikan.

BAB 2

KAJIAN PERSURATAN

2.1 Bahan Bioseramik Secara Am.

Bahan bioseramik adalah suatu penemuan yang amat bernilai di dalam dunia seramik. Penghasilan bahan tersebut telah menyediakan suatu alternatif baru dalam bidang perubatan khususnya untuk membaiki, membina semula mahupun menggantikan bahagian-bahagian tulang yang rosak atau yang telah dijangkiti penyakit (Radzali & Zainal, 1991). Bahan ini boleh wujud dalam bentuk polihablar, kaca, seramik kaca dan komposit. Selain bertujuan untuk membaiki mahupun menggantikan anggota yang rosak, bahagian yang digantikan oleh bahan bioseramik perlulah dipastikan boleh mengekalkan fungsi mereka di dalam badan (Hench, 1998). Keperluan lain adalah ia mudah disteril dan boleh didapati pada kos yang berpatutan.

2.2 Jenis Tindakbalas Di Dalam Badan Manusia.

Apabila sesuatu bahan digunakan sebagai bahan bioseramik, ia perlu membentuk antaramuka yang stabil dengan tisu-tisu di dalam badan untuk menjamin keselamatan penggunaannya. Keupayaan sesuatu bahan untuk bertindak sebagai bahan bioseramik boleh dijangka dengan merujuk kepada tindakbalas yang berlaku antara bahan tersebut dengan tisu-tisu di dalam badan. Terdapat empat jenis tindakbalas antara bahan dengan tisu-tisu di dalam badan (Hench, 1993). Tindakbalas tersebut adalah:

1. Beracun.

Tisu di sekeliling implan akan mati.

2. Tidak beracun dan lengai secara biologi.

Tisu bergentian dengan ketebalan yang berbeza akan terbentuk di antara implan dengan tisu. Oleh kerana tisu tidak terikat secara kimia mahupun secara biologi, maka implan akan mudah teralih. Pergerakan ini menyebabkan implan mudah rosak dan gagal mengekalkan fungsinya di dalam badan. Namun, sekiranya bahan adalah lengai dan berliang ($100\mu\text{m} < \text{saiz liang} < 150\mu\text{m}$), ikatan antaramuka akan terbentuk melalui pertumbuhan tisu ke dalam liang-liang di permukaan seterusnya menerusi keseluruhan implan. Keupayaan ini disebabkan oleh saiz liang dalam julat di atas membolehkan pembekalan darah yang diperlukan untuk pertumbuhan tisu tersebut. Di samping itu, pembentukan ikatan antaramuka ini juga akan menyukarkan pergerakan implan. Maka, secara tidak langsung, implan akan dapat mengekalkan kedudukannya. Oleh itu, bahan bioseramik yang lengai dan berliang dapat menampung tegasan yang lebih besar berbanding bahan yang lengai dan tumpat.

3. Tidak beracun dan bioaktif.

Ikatan antaramuka antara tisu dan implan akan terbentuk. Terdapat banyak bahan bioseramik yang mempunyai tindakbalas jenis ini dengan kadar pembentukan ikatan dan ketebalan ikatan antaramuka yang berbeza-beza. Bioseramik ini termasuklah dari jenis kaca, seramik kaca, hidroksiapatit dan

komposit. Walaupun bahan-bahan ini mampu membentuk ikatan dengan tisu-tisu di sekeliling tetapi masing-masing mempunyai kadar pembentukan, kekuatan, mekanisme pembentukan dan ketebalan yang berbeza.

4. Tidak beracun dan boleh erap.

Tisu di sekeliling implan akan menggantikan implan yang boleh erap ke dalam badan. Bahan bioseramik yang mempunyai tindakbalas sebegini, dikenali sebagai bioseramik boleh erap. Bahan jenis ini direka supaya boleh erap secara perlahan-lahan dalam suatu jangka masa tertentu. Serentak dengan erapan bahan tersebut ke dalam badan, tisu semula jadi akan tumbuh perlahan-lahan sehingga implan lengkap digantikan keseluruhannya oleh tisu-tisu tersebut. Ini membawa kepada ketebalan antaramuka yang nipis. Bahan ini menggunakan prinsip yang sama seperti sistem pemulihan bahagian badan secara semula jadi sebagaimana yang wujud sekian lama. Walau bagaimanapun, terdapat kesukaran untuk menyesuaikan kadar pelarutan dengan kadar pemulihan semula tisu-tisu badan. Penyesuaian kadar di antara dua proses ini penting bertujuan mengekalkan kekuatan dan kestabilan antara muka sehinggalah tisu mengambil alih implan bioseramik.

2.3 Pengelasan Bahan Bioseramik

Berdasarkan jenis tindakbalas yang dibincangkan dalam bahagian 2.2, bahan bioseramik boleh dikelaskan kepada empat kategori seperti yang dijadualkan dalam Jadual 2.1 (Hench, 1991).

Jadual 2.1: Pengkelasan Bahan Bioseramik

Jenis Bioseramik	Jenis Pelekatan	Penjelasan Tentang Pelekatan	Bahan-bahan
Hampir lengai	Morfologi	Tulang tumbuh pada ketidakseragaman permukaan semasa pelekatan implan atau tekan muat ke dalam kecacatan.	Polihablur alumina Hablur tunggal alumina
Pertumbuhan menerusi liang	Secara biologi	Pertumbuhan tulang akan melekatkan tulang secara mekanikal kepada bahan tersebut.	Alumina polihablur berliang. Logam yang dilitupi hidroksiapatit
Permukaan aktif	Bioaktif	Bahan akan melekat secara langsung dengan tulang secara ikatan kimia.	Kaca bioaktif Seramik kaca bioaktif Hidroksiapatit.
Boleh erap	Melarut	Bioseramik akan digantikan oleh tulang secara perlahan-lahan.	Kalsium Sulfat Tri-kalsium Fosfat Garam Kalsium Fosfat

2.4 Kegunaan Bahan Bioseramik

Berikutan ciri-ciri yang terdapat pada bahan bioseramik, ia amat sesuai digunakan di dalam bidang perubatan. Pada masa ini, bahan bioseramik digunakan dengan meluas untuk memperbaiki kerosakan bahagian dalaman badan. Selain daripada itu, ia turut berupaya menggantikan bahagian badan yang tidak dapat berfungsi lagi. Jadual 2.2 menyenaraikan contoh-contoh kegunaan bahan bioseramik dalam bidang perubatan (Hench, 1993).

Jadual 2.2: Kegunaan Bahan Bioseramik Dalam Bidang Perubatan

Kegunaan	Bahan Bioseramik
Ortopedik	Alumina Zirkonia yang distabilkan Serbuk Hidroksiapatit Serbuk kaca Bioaktif
Penglitup untuk Ikatan secara Bioaktif	Hidroksiapatit Tri-kalsium Fosfat Garam Kalsium Fosfat Seramik kaca bioaktif
Pengisi ruang tulang	Tri-kalsium Fosfat Garam Kalsium Fosfat
Implan pergigian	Alumina Hidroksiapatit Kaca bioaktif
Tendon dan ligamen tiruan	Komposit Asid Polilaktik -Karbon
Pembedahan spinal	Seramik kaca bioaktif Hidroksiapatit
Rawatan tumor secara terapeutic	Aluminosilikat yang didopkan dengan alkali bumi Kaca
Injap jantung tiruan	Penglitup karbon pirolitik
Rawatan pembinaan semula bahagian muka	Alumina Hidroksiapatit Komposit hidroksiapatit-polietelina Kaca bioaktif

2.5 Kalsium Fosfat Sebagai Bahan Bioseramik

Kalsium fosfat merupakan suatu bahan utama dalam bidang bioseramik. Ini kerana kandungan utama mineral di dalam tulang manusia adalah kalsium fosfat. Ciri ini juga membolehkan ia memenuhi kehendak-kehendak yang diperlukan oleh bahan bioseramik seperti yang disebutkan dalam bahagian 2.1. Di dalam tulang, kalsium

fosfat boleh wujud dalam fasa hidroksiapatit, dwikalsium fosfat, oktakalsium fosfat, kalsium fosfat amorfus dan trikalsium fosfat (Lavernia & Schoenung, 1991). Mineral ini menyumbangkan 69% daripada berat tulang dan ia penting untuk mengawal struktur tulang dan menjadi rangka kepada sel-sel yang hidup.

Sebenarnya, bioseramik yang berasaskan kalsium fosfat telah digunakan dalam bidang perubatan dan pergigian selama 20 tahun. Di dalam amalan perubatan, bioseramik jenis ini digunakan hanya dalam bentuk serbuk, implan kecil yang tidak menampung beban, implan pergigian, implan berliang dengan beban yang rendah atau fasa bioaktif di dalam komposit bioaktif seramik polimer (Hench, 1998). Contoh-contoh penggunaan adalah sebagai penglitup untuk implan ortopedik, implan pergigian, pembedahan muka dan serbuk pelincir dalam pembedahan lutut dan peha. Di sini, fasa kalsium fosfat yang berbeza digunakan bergantung samada bahan yang boleh erap atau bioaktif yang diperlukan.

Kelakuan implan kalsium fosfat di dalam badan bergantung kepada beberapa faktor. Di antara faktor yang penting adalah hubungan nisbah kalsium kepada fosforus (Ca/P), struktur kristalografi dan kehadiran liang (Lavernia & Schoenung, 1991). Kadangkala, persekitaran fisiologi yang tertentu turut mempengaruhi tindakbalas biologi implan tersebut. Contoh persekitaran fisiologi adalah suhu dan kehadiran air semasa proses penghasilan bahan tersebut. Selain daripada itu, persekitaran penggunaan bahan bioseramik yang telah dihasilkan turut mempengaruhi tindakbalas yang berlaku di dalam badan. Sementara itu, nisbah Ca/P adalah faktor yang paling penting dalam menentukan keterlarutan dan kecenderungan bahan untuk erap di dalam badan. Sehingga kini, anggapan telah dibuat dan disahkan oleh beberapa penyelidik bahawa

tidak terdapat apa-apa perbezaan biologi pada kelakuan antaramuka yang ditunjukkan oleh garam kalsium fosfat yang mempunyai julat nisbah Ca/P antara 1 dan 2 kecuali sifat yang berkaitan dengan keterlarutan dan kadar laju erapan bahan tersebut ke dalam bendalir biologi (Ravaglioli & Krajewski, 1992). Selain daripada itu, kehadiran liang-liang mikro pada bahan yang telah disinter turut dikenalpasti dapat meningkatkan keterlarutan fasa-fasa kalsium fosfat.

2.6 Penggunaan Kaca Bioseramik Di Dalam Badan.

Merujuk kepada jenis-jenis bioseramik yang telah dibincangkan dalam bahagian 2.4, kaca dan seramik kaca adalah sebahagian daripada bahan bioseramik yang digunakan di dalam bidang perubatan. Kaca dan seramik kaca tersebut telah menunjukkan tindak balas yang menyakinkan dalam membaiki mahu pun menggantikan kerosakan di dalam tubuh badan. Sebahagiannya berupaya membentuk ikatan yang kuat dengan tulang. Manakala bahan yang lebih istimewa selain berupaya membentuk ikatan dengan tulang, turut berupaya membentuk ikatan dengan tisu-tisu lembut di dalam badan. Pelbagai jenis tindakbalas yang ditunjukkan oleh bahan ini bergantung kepada komposisi kaca dan seramik kaca yang digunakan. Oleh itu, kegunaannya disesuaikan dengan tindakbalas yang ditunjukkan dan jenis pelekatan yang dihasilkan oleh tisu-tisu di dalam badan. Merujuk kepada Jadual 2.1, secara amnya kaca boleh tergolong dalam bioseramik jenis boleh erap dan bioaktif. Komposisi kaca dan seramik kaca merupakan faktor utama yang menentukan jenis tindakbalasnya.

Kaca bioaktif adalah kaca yang sesuai untuk menggantikan bahagian di dalam badan atau memperbaiki bahagian yang telah rosak. Ini berikutan sifat bahan tersebut yang

berupaya melakukan pengubahsuaian permukaan dengan tidak bergantung kepada faktor masa apabila implan dimasukkan ke dalam badan (Day, 1995). Permukaan yang terbentuk adalah lapisan yang aktif secara biologi. Seterusnya, permukaan inilah yang membolehkan ikatan antaramuka terbentuk di antara implan dengan tisu di dalam badan. Fasa yang terbentuk pada implan bioaktif ini mempunyai struktur kimia yang sama dengan fasa mineral di dalam tulang. Berikutan dengan ikatan antaramuka ini, implan kaca yang bioaktif berupaya menampung daya mekanikal yang dikenakan kepadanya.

Secara amnya, terdapat empat jenis kaca yang digunakan di dalam badan (Day, 1995).

Kaca-kaca tersebut adalah:

1. Kaca alkali-alkali bumi- alumino silikat.

Kaca ini bersifat lengai secara biologi dan telah digunakan sejak lama lagi dalam bidang pergigian contohnya sebagai kepala, mahkota dan jambatan bagi implan gigi. Di samping itu, seramik kaca dan komposit kaca polimer jenis ini sedang diuji untuk mengambil alih kegunaan logam amalgam sebagai bahan pengisi dalam bidang pergigian.

2. Kaca natrium-kalsium-silika yang bersifat bioaktif.

Kaca ini mempunyai keupayaan untuk membentuk ikatan dengan tisu-tisu lembut dan keras di dalam badan. Kaca jenis ini pertama kali dihasilkan oleh Hench dalam tahun 1969 di University Florida. Contoh penggunaan adalah sebagai implan dalam bidang pergigian. Selain daripada itu,

komposisi kaca berkenaan yang diubahsuai menggunakan oksida fosforus pula telah digunakan untuk rawatan pergigian dan pengekalan pendengaran.

3. Kaca nadir bumi-alumino silikat.

Kaca ini digunakan untuk menghantar sinaran tertumpu dalam kuantiti yang besar untuk merawat bahagian-bahagian badan yang dijangkiti penyakit. Sebagai contoh untuk rawatan barah hati. Kaca jenis ini berbeza daripada kaca yang lain kerana kaca ini tidak mengandungi oksida alkali atau alkali bumi. Tambahan pula, ia adalah radioaktif jika ditempatkan di dalam badan.

4. Kaca kalsium fosfat

Kaca kalsium fosfat mengandungi oksida kalsium (CaO) dan oksida fosforus (P_2O_5) sebagai komposisi utama. Kaca ini telah menunjukkan keserasian biologi apabila digunakan di dalam badan. Sifat ini berpadanan dengan komposisi utamanya yang sama seperti komposisi utama tulang manusia. Selain daripada penggunaannya dalam bentuk kaca, bahan tersebut juga digunakan dalam bentuk seramik kaca kalsium fosfat yang dihasilkan melalui proses olahan haba yang bersesuaian. Contoh penggunaan adalah sebagai bahan penggantian tulang dan bahan implan di dalam bidang pergigian.

Berdasarkan kepada jenis-jenis kaca yang telah dibincangkan di atas, didapati kaca bukan sahaja boleh digunakan untuk membaiki tulang atau bahagian yang telah rosak tetapi ia boleh juga digunakan untuk rawatan penyakit yang merbahaya seperti barah

pembedahan tulang tengah telinga. Selalunya, ia digunakan untuk menggantikan tulang yang rosak akibat jangkitan kuman yang teruk. Terdapat juga beberapa komposisi lain yang telah dikaji dan menunjukkan sifat-sifat bioaktif. Pengkaji daripada Jepun telah memajukan kaca silika fosforus dua fasa yang mengandungi $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OHF}_2)$ iaitu apatit, hablur wollastonit ($\text{CaO} \cdot \text{SiO}$) dan matrik kaca lebihan (Kokubo, 1993). Seramik kaca ini dikenali sebagai seramik kaca A/W. Bahan ini telah berjaya digunakan pada beratus-ratus orang pesakit untuk menggantikan tulang punggung dan pembedahan vertebra. Selain daripada itu, pengkaji daripada University of German telah menghasilkan seramik kaca silika fosforus yang boleh dimesin dengan mudah. Seramik kaca ini mengandungi flogopit (sejenis mika) dan hablur apatit. Komposisi kaca yang sama dengan sedikit tambahan telah dimajukan di Finland untuk digunakan sebagai tulang rahang dan tengkorak.

Walau bagaimanapun, perlu diingat keupayaan bahan untuk mengikat dengan tulang amat bergantung kepada komposisinya. Sebagai contoh, 5-15% berat B_2O_3 menggantikan silika dan 12-15% berat CaF_2 menggantikan CaO dalam kaca 45S5 boleh menghasilkan suatu sistem seramik kaca. Penggantian ini tidak menjejaskan keupayaan bahan tersebut untuk mengikat dengan tulang. Sebaliknya, penambahan sebanyak 3% berat Al_2O_3 ke dalam kaca yang sama akan mengakibatkan keupayaan pengikatan dengan tulang terjejas. Sementara itu, penambahan sedikit Al_2O_3 , Ta_2O_5 , TiO_2 , Sb_2O_3 atau ZrO_2 kepada kaca Ceravital turut menjejaskan keupayaan pengikatan dengan tulang. Begitu juga dengan penambahan Al_2O_3 dan TiO_2 kepada seramik kaca A/W, ia turut memberikan kesan yang sama. Oleh itu, dapatlah diperhatikan bahawa pada sistem kaca $\text{Na}_2\text{O}-\text{K}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{MgO}-\text{P}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2$ ini, sifat bioaktif hanya wujud dalam komposisi dan nisbah oksida yang tertentu sahaja. Namun, perkaitan di antara

ciri ikatan dengan tulang merujuk kepada komposisi kaca yang digunakan masih tidak dapat diterangkan dengan jelas. Kajian masih giat dijalankan oleh para penyelidik untuk menjelaskan pemerhatian ini. Kesimpulan yang dapat dibuat setakat ini adalah sifat pengikatan wujud berikutan kehadiran permukaan yang aktif secara biologi.

2.8 Penghabluran Kaca Kalsium Fosfat

Penghasilan seramik kaca daripada kaca kalsium fosfat semakin mendapat perhatian berikutan keupayaan yang ditunjukkan olehnya dalam bidang bioseramik. Sebelum ini, penambahan P_2O_5 sebanyak beberapa peratus kepada kaca silikat telah dikenalpasti boleh menggalakkan penukleusan dalaman dan menghasilkan seramik kaca (James, 1995). Terdapat bukti yang menunjukkan bahawa hablur fosfat akan muncul di awal tindakbalas lalu bertindak sebagai tapak untuk penukleusan heterogen kepada fasa-fasa utama yang lain. Walau bagaimanapun, peranan P_2O_5 masih lagi dalam kajian. Namun, telah dibuktikan seramik kaca boleh dihasilkan daripada sistem kaca yang mempunyai P_2O_5 sebagai pembentuk kaca yang utama atau sekurang-kurangnya sebagai komposisi utama dalam sistem kaca tersebut.

Meneliti kajian-kajian terdahulu, didapati beberapa penyelidik telah menjalankan kajian berkenaan penghabluran kaca yang berasaskan sistem kalsium fosfat. Kerja-kerja awal mendapati penukleusan dalaman susah berlaku. Abe dan rakan-rakannya (1992) telah menghasilkan kaca yang menghablur daripada permukaan luar dan kemudiannya menghasilkan mikrostruktur yang tersusun dengan sangat rapi. Kokubo dan rakan-rakannya (1995) pula telah menghasilkan seramik kaca menggunakan sistem kaca $MgO-CaO-SiO_2-P_2O_5$ yang mengandungi 16.3% berat P_2O_5 . Seramik kaca ini