

**PENGHASILAN HIDROKSIAPATIT  
MENGUNAKAN KAEDAH PENGAKTIFAN  
MEKANIK**

**oleh**

**AZLILA BINTI ZAKARIA**

**Tesis ini diserahkan untuk memenuhi keperluan  
bagi  
Ijazah Sarjana Sains**

**Disember 2013**

## **PENGAKUAN**

Saya akui bahawa saya telah menjalankan, menyempurnakan kerja-kerja penyelidikan dan menulis disertasi bertajuk "Penghasilan Hidroksiapatit Menggunakan Kaedah Pengaktifan Mekanik". Saya juga mengaku bahawa ia tidak pernah dikemukakan untuk mendapatkan apa-apa ijazah atau diploma atau tajuk lain yang serupa untuk diperiksa oleh mana-mana badan lain atau universiti.

Nama pelajar : Azlila binti Zakaria

Tandatangan:

Tarikh : 18 Disember 2013

Disaksikan oleh,

Penyelia : Prof. Dr. Radzali bin Othman

Tandatangan:

Tarikh : 18 Disember 2013

## **PENGHARGAAN**

Penglibatan dalam pembelajaran di Universiti Sains Malaysia memberi 1001 makna yang begitu mendalam kepada saya. Terima kasih kepada pihak universiti, Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan & Sumber Mineral terutama dekan pusat pengajian iaitu Profesor Dr. Hanafi Ismail dalam memudahcara dan merealisasikan sarjana ini.

Disertasi ini disediakan dengan himpunan tenaga, masa dan ilmu dari banyak pihak terutamanya penyelia utama untuk projek ini iaitu Profesor Dr. Radzali Othman. Terima kasih atas 'emas' yang diberikan, segala jasa guru saya ini tidak mampu terbalas kerana ia sangat bernilai bagi saya.

Sepanjang pembabitan saya dalam kerja-kerja makmal untuk menyiapkan projek ini, banyak kerjasama diberikan oleh staf-staf akademik, bukan akademik dan juga teknikal pusat pengajian dan juga staf-staf yang lain. Tidak dilupakan rakan-rakan seperjuangan, yang turut berkongsi pengalaman, ilmu dan juga idea dalam setiap kajian yang dilakukan. Terima kasih atas semua jasa kalian yang begitu berbekas dihati saya.

Penghargaan juga ditujukan kepada suami dan kedua ibu bapa saya atas dorongan dan sokongan mereka untuk saya menyelesaikan kajian sarjana ini. 'Air tangan' mereka inilah yang menyuntik saya untuk terus berusaha dan bersemangat untuk menyiapkan projek ini. Akhir sekali rasa syukur saya kepada Tuhan Yang Maha Berkuasa. Tanpa izin-Nya saya tidak mampu untuk mencapai apa yang saya ada sekarang. Semoga hasil penyelidikan ini boleh memberi manfaat kepada penyelidik-penyelidik yang lain.

Azlila binti Zakaria  
18 Disember 2013

## SENARAI KANDUNGAN

|  |        |
|--|--------|
| PENGAKUAN.....                               | ii     |
| PENGHARGAAN.....                             | iii    |
| SENARAI KANDUNGAN.....                       | iv-vi  |
| SENARAI JADUAL.....                          | vii    |
| SENARAI RAJAH .....                          | viii-x |
| SENARAI TATATANDA.....                       | xi     |
| ABSTRAK.....                                 | xii    |
| ABSTRACT.....                                | xiii   |
| BAB 1 : PENGENALAN                           |        |
| 1.1 PENDAHULUAN.....                         | 1      |
| 1.2 PENYATAAN MASALAH.....                   | 3      |
| 1.3 OBJEKTIF PENYELIDIKAN.....               | 4      |
| 1.4 PENDEKATAN KAJIAN .....                  | 5      |
| BAB 2 : TINJAUAN PERSURATAN                  |        |
| 2.1 PENGENALAN.....                          | 7      |
| 2.2 TULANG.....                              | 8      |
| 2.2.1 Tisu Tulang.....                       | 8      |
| 2.2.2 Tulang Palsu Atau Tulang Sintetik..... | 11     |
| 2.3 BIOBAHAN.....                            | 13     |
| 2.3.1 Definisi Biobahan.....                 | 13     |
| 2.3.2 Perkembangan Biobahan.....             | 16     |
| 2.3.3 Sifat-sifat Biobahan.....              | 19     |
| 2.4 BIOSERAMIK.....                          | 22     |
| 2.4.1 Seramik.....                           | 22     |
| 2.4.2 Jenis Bioseramik.....                  | 22     |
| 2.4.3 Kegunaan Bioseramik.....               | 23     |
| 2.4.4 Sifat Implan Bioseramik.....           | 25     |

|  |   |    |
|--|---|----|
| 2.5  | KALSIUM FOSFAT.....   | 27 |
| 2.5.1                                      | Definisi Kalsium Fosfat.....  | 27 |
| 2.5.2                                      | Jenis Kalsium Fosfat.....   | 28 |
| 2.6  | HIDROKSIAPATIT.....   | 29 |
| 2.6.1                                      | Pengenalan Hidroksiapatit.....  | 29 |
| 2.6.2                                      | Proses Penyediaan Hidroksiapatit.....   | 30 |
| 2.6.2.1                                    | Kaedah Pemendakan.....  | 30 |
| 2.6.2.2                                    | Kaedah Sol-Gel.....   | 31 |
| 2.6.2.3                                    | Kaedah Hidroterma.....  | 33 |
| 2.6.2.4                                    | Kaedah Pemprosesan Emulsi.....  | 33 |
| 2.6.2.5                                    | Kaedah Pemendapan Biomimetik.....   | 34 |
| 2.6.2.6                                    | Kaedah Pemendapan Elektro.....  | 34 |
| 2.6.2.7                                    | Kaedah Pengaktifan Mekanik.....   | 35 |
| 2.7  | PROSES PENGISARAN.....  | 35 |
| 2.7.1                                      | Jenis-jenis Proses Pengisaran.....  | 35 |
| 2.7.2                                      | Mesin Pengisar Planetari.....   | 37 |
| 2.7.3                                      | Parameter Dalam Proses Pengisaran.....  | 39 |
| 2.7.3.1                                    | Tempoh Pengisaran.....  | 40 |
| 2.7.3.2                                    | Media Pengisar.....   | 40 |
| 2.7.3.3                                    | Nisbah Berat Bebola Kepada Berat Sampel Pengisaran.....   | 41 |
| 2.7.3.4                                    | Kelajuan Pengisaran.....  | 42 |
| 2.8  | AKTIVITI TERKINI PENGHASILAN HIDROKSIAPATIT.....  | 43 |
| 2.8.1                                      | Kajian-kajian Lain Bagi Penghasilan Hidroksiapatit<br>Menggunakan Mesin Pengisar Planetari..... | 43 |
| 2.8.2                                      | Kajian Sarjana Yang Dilakukan.....  | 44 |
| <b>BAB 3 : BAHAN DAN KAEDAH EKSPERIMEN</b> |   |    |
| 3.1  | PENGENALAN.....   | 46 |
| 3.2  | BAHAN MENTAH.....   | 46 |
| 3.2.1                                      | Penyediaan sampel.....  | 47 |
| 3.3  | PROSES PENGISARAN.....  | 48 |
| 3.3.1                                      | Mesin Pengisar.....   | 49 |
| 3.3.2                                      | Parameter pengisaran.....   | 50 |
| 3.4  | UJIAN PENCIRIAN.....  | 51 |

|   |  |         |
|---|--|---------|
| 3.4.1   | Pembelauan Sinar-X (XRD).....                      | 52      |
| 3.4.2   | Analisis Terma (TG/DSC).....                       | 53      |
| 3.4.3   | Saiz Partikel.....                                 | 54      |
| 3.4.4   | Mikroskop Elektron.....                            | 55      |
| 3.4.4.1                                       | Mikroskop Elektron Imbasan (SEM).....              | 55      |
| 3.4.4.2                                       | Mikroskop Elektron Penghantaran (TEM).....         | 56      |
| 3.5   | PENKALSINAN.....                                   | 57      |
| 3.6   | UJIAN IN-VITRO.....                                | 58      |
| 3.6.1   | Penyediaan sampel pelet.....                       | 59      |
| 3.6.2   | Penyediaan larutan SBF.....                        | 59      |
| 3.6.3   | Rendaman sampel dalam larutan SBF.....             | 60      |
| <br><b>BAB 4 : KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN</b> |  |         |
| 4.0   | PENGENALAN.....                                    | 62      |
| 4.1   | PENCIRIAN BAHAN MENTAH.....                        | 62      |
| 4.1.1   | Pembelauan sinar-X (XRD).....                      | 63      |
| 4.1.2   | Ujian saiz partikel.....                           | 64      |
| 4.1.3   | Analisis Terma (TG/DSC).....                       | 66      |
| 4.2   | PROSES PENGISARAN.....                             | 68      |
| 4.2.1   | Kesan Tempoh Pengisaran.....                       | 68      |
| 4.2.2   | Kesan Media Pengisar.....                          | 76      |
| 4.2.3   | Kesan Nisbah Berat Bebola Kepada Berat Sampel..... | 80      |
| 4.2.4   | Kesan Kelajuan Pengisaran.....                     | 83      |
| 4.3   | ANALISIS PENCIRIAN SERBUK TERHASIL.....            | 85      |
| 4.3.1   | Ujian TG/DSC.....                                  | 85      |
| 4.3.2   | Ujian Mikroskopi dan Saiz Partikel.....            | 87      |
| 4.3.3   | Analisis Ujian In-vitro.....                       | 95      |
| <br><b>BAB 5 : KESIMPULAN DAN CADANGAN</b>    |  |         |
| 5.1   | KESIMPULAN.....                                    | 98      |
| 5.2   | CADANGAN UNTUK KERJA MASA DEPAN.....               | 99      |
| RUJUKAN.....                                  |  | 100-105 |
| LAMPIRAN.....                                 |  | 106-112 |
| SENARAI KERTAS PENERBITAN.....                |  | 113     |

## SENARAI JADUAL

|   | Muka Surat |
|---|------------|
| <b>Jadual 2.1</b> Faktor-faktor yang member kesan kepada bahagian tisu melalui sifat implan (Williams, 1987).   | 13         |
| <b>Jadual 2.2</b> Biobahan yang digunakan dalam tubuh manusia (Bhat, 2005).   | 15         |
| <b>Jadual 2.3</b> Jadual sejarah dan perkembangan biobahan (Park dan Lakes, 2007).  | 18         |
| <b>Jadual 2.4</b> Jenis-jenis kalsium fosfat dan kegunaannya (Dorozhkin dan Epple, 2002).   | 28         |
| <b>Jadual 3.1</b> Kehadiran unsur-unsur surih bagi kalsium hidroksida, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Mengikut spesifikasi pembekal).                                  | 46         |
| <b>Jadual 3.2</b> Kehadiran unsur-unsur surih bagi kalsim hydrogen fosfat terhidrat, $\text{CaHPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (Mengikut spesifikasi pembekal). | 47         |
| <b>Jadual 3.3</b> Kepekatan ion bagi plasma darah manusia dan larutan bendalir tubuh simulasi (Kokubo dan Takadama, 2008).  | 58         |
| <b>Jadual 3.4</b> Jumlah bahan kimia yang digunakan untuk menghasilkan larutan SBF.   | 59         |
| <b>Jadual 4.1</b> Senarai sampel yang digunakan dalam ujian mikroskopi dan saiz partikel.   | 87         |
| <b>Jadual 4.2</b> Keputusan purata saiz partikel daripada imej TEM.   | 94         |

## SENARAI RAJAH

|                  |  | Muka<br>Surat |
|------------------|--|---------------|
| <b>Rajah 1.1</b> | Carta alir kajian untuk menghasilkan hidroksiapatit secara pengaktifan mekanik.  | 6             |
| <b>Rajah 2.1</b> | Struktur asas tulang manusia yang terdiri daripada tulang padat, tulang berongga, sumsum tulang dan juga saluran darah (Carter dan Norton 2007). | 9             |
| <b>Rajah 2.2</b> | Tulang keras terdiri daripada sel-sel hidup yang disebut osteosit (Vallet-Regi dan Gonzalez-Calbet, 2004).                                       | 10            |
| <b>Rajah 2.3</b> | Pengkelasan Biobahan (Black, 1992.)  | 14            |
| <b>Rajah 2.4</b> | Mekanisme tindakbalas implan atau biobahan dengan tisu hidup (Hench, 1998).  | 21            |
| <b>Rajah 2.5</b> | Penggunaan bahan biosemeramik dalam tubuh manusia (Hench dan Wilson, 1993).  | 24            |
| <b>Rajah 2.6</b> | Sifat-sifat penting implan biosemeramik (Krajewski dan Ravaglioli, 2002).  | 26            |
| <b>Rajah 2.7</b> | Struktur hidroksiapatit meluncurkan paksi-c ke atas satah (Hench dan Wilson, 1993).  | 29            |
| <b>Rajah 2.8</b> | Rajah skematik menggambarkan pergerakan bebola dan bekas pengisar dalam pengisaran planetary (El-Eskandarany, 2001).                             | 38            |
| <b>Rajah 3.1</b> | Carta alir kajian parameter proses pengisaran yang dilakukan.  | 51            |
| <b>Rajah 3.2</b> | Profil suhu proses pengkalsinan.   | 58            |
| <b>Rajah 3.3</b> | Kedudukan sampel dalam larutan SBF.  | 61            |
| <b>Rajah 4.1</b> | Spektrum XRD bagi bahan mula kalsium hidroksida, ICDD 84-1263.   | 63            |
| <b>Rajah 4.2</b> | Spektrum XRD bagi bahan mula kalsium hidrogen fosfat terhidrat, ICDD 72-1240.  | 64            |
| <b>Rajah 4.3</b> | Keputusan ujian saiz partikel bagi bahan mula kalsium hidroksida (Ca(OH) <sub>2</sub> ).   | 65            |
| <b>Rajah 4.4</b> | Keputusan ujian saiz partikel bagi bahan mula kalsium hidrogen fosfat terhidrat (CaHPO <sub>4</sub> .2 H <sub>2</sub> O).                        | 65            |



|                   |  |    |
|-------------------|--|----|
| <b>Rajah 4.5</b>  | Graf TG/DSC bagi bahan mula kalsium hidroksida ( $\text{Ca(OH)}_2$ ).  | 66 |
| <b>Rajah 4.6</b>  | Graf TG/DSC bagi bahan mula kalsium hidrogen fosfat ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ).   | 67 |
| <b>Rajah 4.7</b>  | Spektrum XRD bagi tempoh proses pengisaran 15 jam.   | 69 |
| <b>Rajah 4.8</b>  | Spektrum XRD bagi tempoh pengisaran yang berlainan, (a) 10 jam, (b) 8 jam, (c) 5 jam, (d) 3 jam, (e) 2 jam dan (f) 1 jam.  | 70 |
| <b>Rajah 4.9</b>  | Spektrum XRD bagi sampel pengisaran 1jam dan disinter pada suhu $850^\circ\text{C}$ .  | 72 |
| <b>Rajah 4.10</b> | Spektrum XRD bagi pencampuran bahan mula eksperimen.   | 73 |
| <b>Rajah 4.11</b> | Spektrum XRD menunjukkan sampel mengalami tempoh pengisaran selama 10 minit.   | 74 |
| <b>Rajah 4.12</b> | Spektrum XRD menunjukkan sampel mengalami tempoh pengisaran selama 20 minit.   | 74 |
| <b>Rajah 4.13</b> | Spektrum XRD menunjukkan sampel mengalami tempoh pengisaran selama 30 minit.   | 75 |
| <b>Rajah 4.14</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan media pengisar keluli nirkarat.   | 76 |
| <b>Rajah 4.15</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan media pengisaran agat.  | 77 |
| <b>Rajah 4.16</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan media pengisaran alumina.   | 78 |
| <b>Rajah 4.17</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan media pengisaran zirkonia.  | 79 |
| <b>Rajah 4.18</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan parameter nisbah berat bebola kepada sampel yang berlainan, (a) 20:1, (b) 15:1, (c) 10:1 dan (d) 5:1 menggunakan media keluli nirkarat. | 80 |
| <b>Rajah 4.19</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan parameter pengisaran BPR yang berlainan, bagi nisbah 10:1 menggunakan media agat.   | 82 |

|                   |  |    |
|-------------------|--|----|
| <b>Rajah 4.20</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan parameter kelajuan pengisaran yang berlainan, (a) 300 rpm, (b) 330 rpm, (c) 350 rpm dan (d) 400 rpm.                                      | 83 |
| <b>Rajah 4.21</b> | Spektrum XRD bagi pengisaran menggunakan parameter pengisaran kelajuan 270 rpm.  | 84 |
| <b>Rajah 4.22</b> | Keputusan Graf TG/DSC bagi sampel parameter berikut: tempoh pengisaran 2 jam, media keluli nirkarat, nisbah berat bebola kepada berat sampel 20:1 dan kelajuan pengisaran 400 rpm. | 86 |
| <b>Rajah 4.23</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang mempunyai parameter paling optimum.   | 88 |
| <b>Rajah 4.24</b> | Keputusan saiz partikel bagi sampel yang mempunyai parameter paling optimum.   | 88 |
| <b>Rajah 4.25</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang menggunakan media keluli nirkarat.  | 90 |
| <b>Rajah 4.26</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang menggunakan media agat.   | 90 |
| <b>Rajah 4.27</b> | Keputusan saiz partikel bagi sampel menggunakan media keluli nirkarat.   | 90 |
| <b>Rajah 4.28</b> | Keputusan saiz partikel bagi media agat.   | 91 |
| <b>Rajah 4.29</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang menggunakan nisbah BPR 10:1 dan kelajuan pengisaran 400 rpm.  | 92 |
| <b>Rajah 4.30</b> | Keputusan saiz partikel bagi sampel yang menggunakan nisbah BPR 10:1 dan kelajuan pengisaran 400 rpm.  | 93 |
| <b>Rajah 4.31</b> | Imej TEM bagi (a) Sampel A, (b) Sampel B, (c) Sampel C dan (d) Sampel D.   | 95 |
| <b>Rajah 4.32</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang dimasukkan ke dalam larutan SBF selama 1 hari dengan pembesaran 500X.   | 96 |
| <b>Rajah 4.33</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang dimasukkan ke dalam larutan SBF selama 3 hari dengan pembesaran 500X.   | 96 |
| <b>Rajah 4.34</b> | Mikrograf SEM bagi sampel yang dimasukkan ke dalam larutan SBF selama 7 hari dengan pembesaran 5 KX.   | 97 |

## SENARAI TATATANDA

|  |                                   |
|--|-----------------------------------|
| Rpm  | Putaran per minit                 |
| TEM  | Mikroskop elektron penghantaran   |
| SBF  | Bendalir tubuh simulasi           |
| $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$         | Hidroksiapatit                    |
| $\text{Ca}(\text{OH})_2$                             | Kalsium hidroksida                |
| $\text{CaH}(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ | Kalsium hidrogen fosfat terhidrat |
| $\text{H}_2\text{O}$                                 | Air                               |
| XRD  | Pembelauan sinar-X                |
| TG   | Termogravimetri                   |
| DSC  | Kalorimetri Imbasan Pembezaan     |
| SEM  | Mikroskop elektron imbasan        |
| %  | Peratus                           |
| $\text{CaCO}_3$                                      | Kalsium karbonat                  |
| $\text{CaPO}_4$                                      | Kalsium fosfat                    |
| PMMA   | Polimetilmetakrilat               |
| CHAp   | Karbonat-apatit                   |
| $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$                         | Trikalsium fosfat                 |
| TCP  | Trikalsium fosfat                 |
| DCPA   | Kalsium hidrogen fosfat terhidrat |

# **PENGHASILAN HIDROKSIAPATIT MENGGUNAKAN KAEDAH PENGAKTIFAN MEKANIK**

## **ABSTRAK**

Kaedah pengaktifan mekanik merupakan suatu kaedah yang moden, mudah dan ekonomi bagi menghasilkan hidroksiapatit. Kaedah ini boleh digunakan untuk mensintesiskan hidroksiapatit melalui tindakbalas kimia yang berlaku akibat penyerapan tenaga menerusi aktiviti pelanggaran mekanikal. Kajian ini dilakukan adalah untuk mengkaji parameter pengisaran terbaik dalam penghasilan hidroksiapatit fasa tunggal. Selain itu, parameter optimum yang dipilih ini boleh memenuhi objektif utama kajian iaitu untuk menjimatkan masa dan tenaga yang digunakan. Mesin pengisar planetari telah digunakan untuk menindakbalaskan bahan mula kalsium hidroksida dan kalsium hidrogen fosfat terhidrat. Parameter pengisaran yang dikaji ialah tempoh pengisaran, media pengisar, nisbah berat bebola kepada berat sampel dan juga kelajuan pengisaran. Setelah itu, ujian pencirian iaitu saiz partikel, mikroskop elektron imbasan (SEM), mikroskop elektron penghantaran (TEM) dan bioaktiviti (SBF) telah dilakukan untuk menentukan sifat-sifat hidroksiapatit yang diperolehi. Hidroksiapatit fasa tunggal dengan parameter yang optimum boleh diperolehi dalam tempoh 2 jam pengisaran, menggunakan media keluli nirkarat, nisbah berat bebola kepada berat sampel sebanyak 10:1 dan kelajuan pengisaran 300 rpm. Parameter ini bukan sahaja memenuhi objektif kajian dari segi penjimatan masa dan tenaga, ia juga menghasilkan hidroksiapatit bersaiz dalam julat nano iaitu saiz partikel 30 nm bagi purata panjang dan 9 nm bagi purata lebar. Selain itu, sampel juga diperhatikan mempunyai bentuk partikel bak rod menerusi TEM. Kebioaktifan sampel serbuk telah disahkan melalui ujian in-vitro (SBF).

# **PRODUCTION OF HYDROXYAPATITE USING MECHANICAL ACTIVATION METHOD**

## **ABSTRACT**

Mechanical activation is one the modern, convenient and economical method to produce hydroxyapatite. This method can be used to synthesize hydroxyapatite by chemical reactions which occurred due to the transference of energy during mechanical collisions. This study was carried out to obtain the best parameters of grinding to produce single phase hydroxyapatite. Apart from that, the main objective of this study was to reduce the time and energy through mechanical activation using the optimum parameters thus obtained. A planetary grinding machine was used to act upon calcium hydroxide and ammonium hydrogen phosphate hydrate raw materials. The parameters that were studied included the time of grinding, grinding media, ball to powder weight ratio and the grinding speed. Analytical tests including particle size, scanning electron microscop (SEM), transmission electron microscop (TEM) and bioactivity (SBF) were performed to determine the characteristics of the hydroxyapatite. The optimum grinding parameters were ascertained to be 2 hours of grinding, using stainless steel media, ball to powder weight ratio of 10:1 and speed of grinding of 300 rpm. These parameters not only fulfilled the objective of the study in saving time and energy, but it also produced average particle size in a nano size range, which is 30 nm for the average length and 9 nm for the average width. In addition, the sample was observed using TEM to be in rod-shaped. Bioactivity of the powders produced were confirmed by in-vitro (SBF) tests.

# **BAB 1**

## **PENGENALAN**

### **1.1 Pendahuluan**

Permintaan terhadap implan tulang pada masa kini tidak terhad kepada warga tua dan golongan berpenyakit, malah menjadi sangat penting kepada mangsa nahas yang tidak mengira peringkat umur untuk meneruskan kehidupan sehari-hari. Penggunaan implan tulang yang betul boleh mengembalikan keceriaan kepada orang yang memerlukan, namun penggunaan bahan implan tulang yang salah boleh memberi kesan yang negatif kepada orang tersebut. Ini kerana, implan tulang sangat berkait dengan sistem dalam badan, iaitu tulang adalah sel hidup dan hampir 15 peratus daripada berat keseluruhan tulang berhubung dengan tisu-tisu hidup (Johnson, 2008). Oleh itu, kesan yang negatif ke atas sistem badan ini boleh membawa mudarat atau penyakit sekaligus juga boleh membawa maut.

Inisiatif kepada penggunaan bahan implan pada masa kini boleh didapati dalam berbagai jenis bahan iaitu logam, polimer, dan juga seramik. Penggunaan bahan implan ini berdasarkan aplikasi yang bersesuaian dengan sifat bahan itu sendiri. Contohnya, bagi implan jenis logam, selalunya digunakan untuk mengatasi masalah tulang patah dan untuk memulih kembali tulang tersebut agar tulang kembali kuat dan tidak patah. Namun ia amat terdedah kepada risiko negatif yang lain seperti bahan logam yang tidak serasi dengan badan manusia. Implan jenis polimer pula selalu digunakan bagi penggantian tisu-tisu lembut dalam badan manusia contohnya bahagian telinga manusia. Bagi implan jenis seramik selalunya ia digunakan untuk tulang yang retak, kerana ia boleh mengaktifkan sel tulang dan

membentuk kembali tulang dan sel-sel hidup yang lain. Salah satu bahan implan dari jenis seramik ialah hidroksiapatit.

Hidroksiapatit  $[\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2]$  adalah daripada keluarga apatit dan mempunyai hablur kalsium fosfat dalam struktur mineralnya. Struktur tulang pula merupakan bahan komposit dan mempunyai peratusan berat 70 peratus mineral, 20 peratus fasa organik dan 10 peratus air (Shi, 2006). Struktur mineral tulang adalah hablur kalsium fosfat, dan ini merupakan sebab utama kenapa hidroksiapatit amat sesuai digunakan untuk dijadikan implan tulang. Peranan mineral dalam tulang ialah untuk menambahkan kekuatan mampatan bagi tulang sebagai menyokong fungsi tulang itu sendiri, iaitu bertindak sebagai penyokong mekanikal bagi tisu-tisu lembut, pembekal kalsium dan juga menyokong tindakan otot badan untuk melakukan pergerakan (Mickiewicz, 2001).

Terdapat banyak kaedah yang boleh digunakan untuk menghasilkan hidroksiapatit. Antara kaedah yang boleh digunakan untuk mendapatkan hidroksiapatit ialah kaedah pemendakan dan hidrolisis, kaedah pengaktifan mekanik, sintesis sol gel, tindakbalas hidroterma dan sintesis emulsi dan mikroemulsi (Yeong et al, 2001). Pengkelasan kaedah penghasilan ini adalah berdasarkan dua keadaan utama iaitu pepejal kering dan pepejal basah. Contoh dalam keadaan pepejal kering ialah menggunakan kaedah pengaktifan mekanik manakala contoh bagi keadaan pepejal basah pula ialah kaedah pemendakan.

Kaedah pemendakan merupakan kaedah yang sering dipilih oleh penyelidik kerana kos pemprosesan yang murah. Namun, kaedah ini lebih rumit kerana

memerlukan beberapa langkah daripada pencampuran bahan kimia sehingga sampel dikalsinkan untuk mendapatkan hidroksiapatit. Begitu juga dengan kaedah penghasilan hidroksiapatit dalam keadaan basah yang lain seperti kaedah sintesis sol-gel dan hidroterma. Ini kerana kehadiran medium air akan melibatkan banyak proses lain dan ini sedikit sebanyak boleh mengganggu sifat sebenar hidroksiapatit itu sendiri (Sharma et al., 2012).

## **1.2    Penyataan Masalah**

Kajian sarjana ini tertumpu kepada penghasilan hidroksiapatit fasa tunggal melalui kaedah pengaktifan mekanik menggunakan proses pengisaran. Ini kerana, melalui kaedah ini, permasalahan hasil akhir yang sedikit, kos proses penghasilan yang tinggi dan juga penjimatan masa serta tenaga dapat diselesaikan. Kaedah pengaktifan mekanik boleh dikatakan agak mudah dan tidak memerlukan peringkat pemprosesan yang berturutan untuk mendapatkan hidroksiapatit. Kaedah ini juga boleh memberikan hasil yang banyak dalam masa yang singkat. Selain itu, melalui kaedah pengaktifan mekanik juga, pencemaran sampel akhir adalah minimum kerana kaedahnya yang ringkas (Froes et al., 1995).

Namun, kelebihan kaedah ini tidak dapat diperolehi jika penggunaan parameter pengisaran yang optimum tidak digunakan. Antara parameter yang boleh memberi kesan kepada hasil akhir hidroksiapatit ialah tempoh pengisaran, media pengisar, kelajuan pengisaran, dan lain-lain lagi. Maka pemilihan parameter yang terbaik amat penting untuk mendapatkan hasil akhir seperti yang dikehendaki.



Oleh itu, kajian sarjana ini dilakukan untuk menyelesaikan masalah bagi mendapatkan parameter terbaik dengan hasil akhir hidroksiapatit fasa tunggal yang sekaligus boleh menjimatkan masa, tenaga dan memberikan hasil akhir yang lebih tinggi. Kajian parameter ini ditentukan berdasarkan penelitian kepada hasil kajian terdahulu dan juga eksperimen yang telah dijalankan dalam kajian ini.

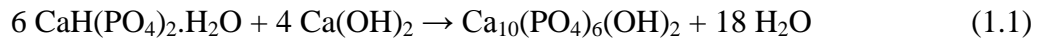
### **1.3 Objektif Penyelidikan**

Projek ini tertumpu kepada penghasilan hidroksiapatit fasa tunggal melalui proses pengaktifan mekanik berdasarkan parameter yang terbaik dan mengkaji kualiti bahan bioseramik ini berdasarkan ujian-ujian pencirian yang dilakukan. Berikut disenaraikan objektif utama projek ini:

1. Mengenalpasti fasa (atau fasa-fasa) yang terbentuk daripada proses pengaktifan mekanik untuk mendapatkan hidroksiapatit fasa tunggal berdasarkan ujian sinar-X.
2. Mengesahkan parameter yang terbaik bagi penjimatan masa dan tenaga melalui kaedah pengaktifan mekanik menggunakan mesin pengisar planetari.
3. Mengkaji kualiti bahan hidroksiapatit yang terhasil melalui kaedah pengaktifan mekanik ini dengan melakukan ujian-ujian pencirian iaitu seperti ujian saiz partikel, ujian mikroskopi, dan lain-lain lagi.

#### 1.4 Pendekatan Kajian

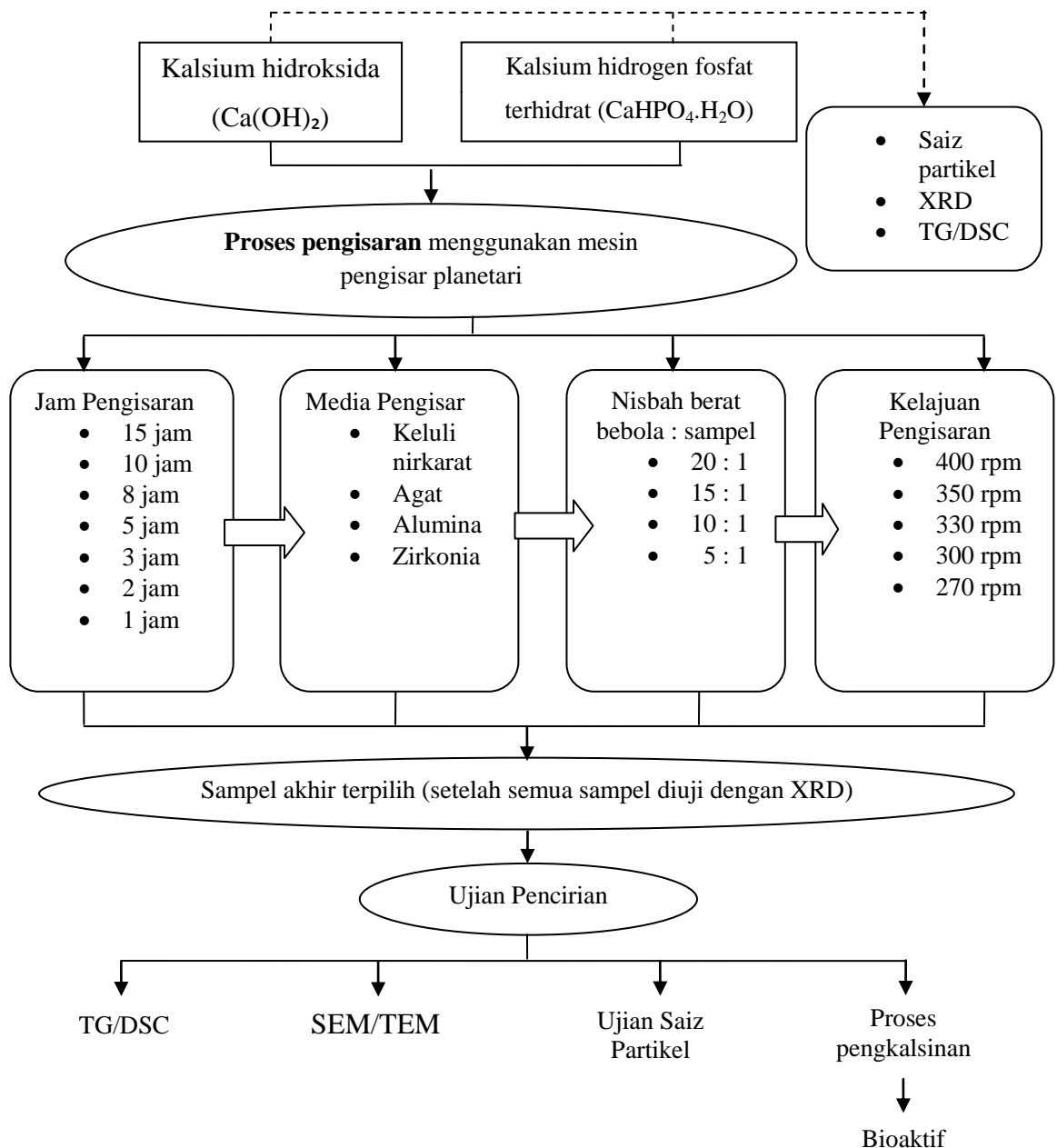
Kajian dimulakan dengan pencampuran bahan kimia kalsium hidroksida dan kalsium hidrogen fosfat terhidrat untuk mendapatkan hidroksiapatit sintetik. Percampuran adalah berdasarkan persamaan kimia berikut :



Pencampuran ini dilakukan melalui proses pengisaran menggunakan mesin pengisar planetari. Apabila melakukan proses pengisaran, parameter pengisaran yang digunakan amat penting dalam menentukan hasil akhir tindakbalas kimia yang berlaku. Parameter yang dikaji untuk projek ini ialah tempoh pengisaran, media pengisar, nisbah berat bebola kepada berat sampel dan kelajuan pengisaran. Setiap proses pengisaran yang dijalankan dengan parameter tertentu akan diikuti dengan analisis sinar-X (*X-Ray Diffraction*) untuk menentukan fasa akhir yang hadir sekaligus mengesahkan samada hidroksiapatit fasa tunggal boleh terbentuk atau tidak bagi setiap kali proses pengisaran yang dijalankan.

Setelah pengesanan kehadiran fasa hidroksiapatit, pemilihan sampel yang terbaik adalah berdasarkan parameter pengisaran yang paling kurang menggunakan masa dan tenaga semasa proses pengisaran dijalankan. Pelbagai ujian pencirian kemudiannya dilakukan ke atas sampel iaitu saiz partikel, analisis terma (*Thermogravimetry/Differential Scanning Calorimetry*), ujian mikroskopi melalui mikroskop elektron imbasan (*Scanning Electron Microscopy*), mikroskop elektron penghantaran (*Transmission Electron Microscopy*) dan akhir sekali ujian in-vitro (*Simulated Body Fluid*). Ujian mikroskopi menggunakan SEM adalah untuk

mengetahui keadaan saiz partikel sampel dan juga mengesahkan kehadiran lapisan apatit setelah ujian in-vitro (SBF) ke atas sampel dilakukan. Manakala, ujian mikroskopi menggunakan mesin TEM pula untuk menentukan bentuk sampel akhir dan menentukan saiz partikel secara purata. Semua proses yang dilakukan dalam kajian ini diringkaskan melalui carta alir Rajah 1.1.



**Rajah 1.1** Carta alir kajian untuk menghasilkan hidroksiapatit secara pengaktifan mekanik.

## **BAB 2**

### **KAJIAN PERSURATAN**

#### **2.1 Pengenalan**

Tinjauan persuratan yang terangkum dalam bab ini meliputi kajian yang mendalam tentang biobahan dan difokuskan kepada bioseramik; definisi, penemuan, dan jenis. Seterusnya diterangkan dengan lebih lanjut kegunaan bagi bahan bioseramik iaitu sebagai salah satu pengaktif tisu tulang ataupun implan bagi menggantikan bahagian tulang dan juga gigi manusia yang patah atau pun rosak. Fokus penerangan dalam bab ini adalah menjurus kepada bahan kalsium fosfat yang merupakan sampel akhir bagi kajian sarjana ini.

Terdapat banyak jenis kalsium fosfat dan ianya boleh diklasifikasikan berdasarkan nisbah kalsium kepada fosfatnya. Antara contoh-contoh kalsium fosfat ialah hidroksiapatit,  $\beta$ -trikalsium fosfat, dikalsium fosfat dihidrat, tetrakalsium fosfat, dan fluorapatit. Dalam kajian ini hanya bahan hidroksiapatit dipertimbangkan kerana kajian yang dibuat pada 1926 ke atas enamel gigi, dentin, dan tulang manusia menunjukkan bahawa kesemua sampel ini mempunyai corak sinar-X yang menyamai mineral apatit kalsium hidroksiapatit,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Unsur-unsur ini adalah bahan tidak organik yang utama dalam tulang dan gigi manusia (France dan Owsley, 2013). Justeru itu, hidroksiapatit akan diberi lebih penumpuan dan diterangkan dengan lebih mendalam mengenai keadaan, sifat-sifat, dan cara-cara penghasilan hidroksiapatit itu sendiri.

Bagi kajian sarjana ini, penghasilan hidroksiapatit adalah melalui kaedah pengaktifan mekanikal. Maka, tinjauan secara lengkap tentang kaedah ini seperti proses yang digunakan iaitu proses pengisaran, parameter pengisaran dan lain-lain lagi turut dibincangkan. Akhir sekali dalam bab ini akan diterangkan serba sedikit maklumat terkini penghasilan hidroksiapatit melalui proses yang sama iaitu proses pengisaran, juga fokus penyelidikan yang dijalankan untuk menghasilkan hidroksiapatit menggunakan kaedah pengaktifan mekanikal.

## **2.2 Tulang**

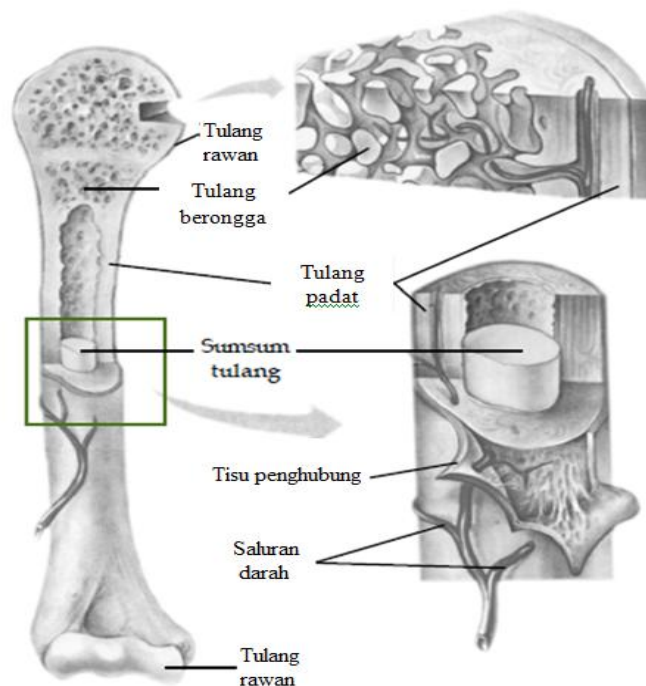
### **2.2.1 Tisu Tulang**

Kajian mendalam tentang tisu tulang adalah untuk memberi pemahaman yang lebih lanjut tentang fungsi tisu tulang berbeza dengan fungsi tulang palsu atau tulang sintetik. Pengetahuan tentang kedua-dua jenis tulang ini adalah penting kerana hidroksiapatit boleh membentuk tulang sintetik berdasarkan penemuan dan kajian yang telah dijalankan sebelum ini (Black, 1992). Selain fungsi tisu tulang, sifat tisu tulang juga amat penting untuk difahami agar tulang sintetik boleh atau menghampiri sifat yang sama bagi menjamin kejayaan penggunaannya.

Tulang adalah salah satu organ badan yang paling keras terbentuk daripada sel hidup yang dikelilingi oleh mineral dan zat lentur yang disebut kolagen (Meyers et al., 2008). Sendi adalah tempat pertemuan atau penghubung antara dua tulang yang membentuk rangka. Rangka badan pula adalah rangkaian tulang-tulang badan yang tersusun secara teratur dihubungkan oleh sendi dan digerakkan oleh otot. Selain itu, tulang merupakan bahan komposit yang terdiri daripada mineral, kolagen, protein bukan kolagen, bahan organik dan air (Meyers et al., 2008).

Tulang menjadi salah satu organ terbesar dalam badan dan menerima kira-kira 5 hingga 10 peratus hasil akhir jantung (Currey, 2002). Ia memainkan peranan dalam menyediakan sokongan biomekanik, membenarkan pergerakan, haematopoiesis dan homeostasis kalsium. Selain itu, tulang adalah bersifat visko-elastik kerana ia merupakan bahan komposit yang terdiri daripada sel-sel (10%) dan komponen bahan organik dan bukan organik (90%) (Mortensen, 2007). Tulang ini adalah satu daripada set tisu bermineral vertebrata yang menggunakan bahan kalsium fosfat sebagai bahan mineralnya (Currey, 2008).

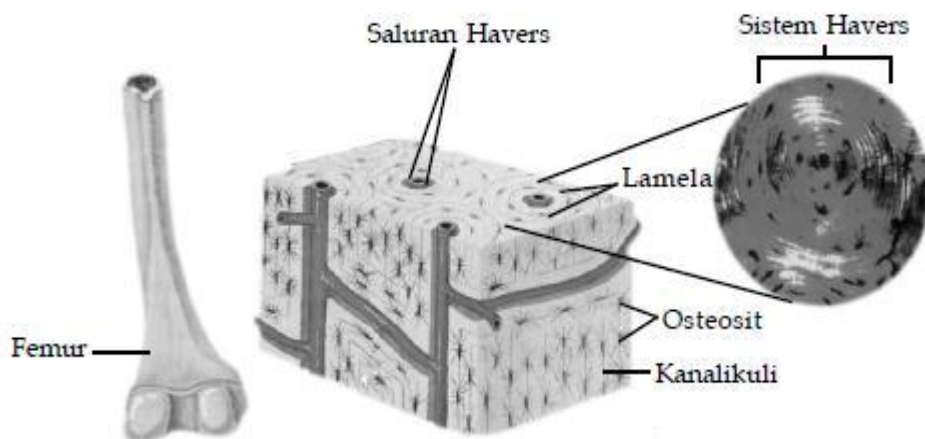
Struktur asas tulang manusia terdiri daripada tulang padat, tulang berongga, sumsum tulang dan juga saluran darah (Rajah 2.1). Bagi pembahagian berdasarkan struktur tulang pula ialah terdapat dua jenis iaitu samada tulang padat atau tulang berongga dan pembahagian bagi bentuknya terdapat tiga jenis iaitu bentuk tulang pipa, tulang pipih dan tulang pendek (Alcamo, 2003).



**Rajah 2.1** Struktur asas tulang manusia yang terdiri daripada tulang padat, tulang berongga, sumsum tulang dan juga saluran darah (Carter dan Norton 2007).

Tulang terbentuk dari tulang rawan yang mengalami proses penulangan (osifikasi). Ketika tulang rawan terbentuk, rongga-rongga matriksnya terisi oleh sel osteoblas. Osteoblas merupakan lapisan sel tulang muda dan bertindakbalas dengan zat yang berada di dalam tulang seperti kolagen seterusnya mengikat zat kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dalam tulang. Setelah itu, osteoblas yang telah dikelilingi zat kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) ini akan mengeras dan menjadi osteosit (sel tulang keras) (Hekimsoy, 2008).

Penggabungan antara tulang-tulang adalah melalui hubungan juluran-juluran sitoplasma yang disebut kanalikuli. Setiap satu sel osteosit akan mengelilingi satu sistem saraf dan pembuluh darah sehingga membentuk sistem Havers (Rajah 2.2). Matriks di sekitar sel-sel tulang memiliki senyawa protein yang dapat mengikat kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) dan fosfat ( $\text{CaPO}_4$ ). Kalsium karbonat dan fosfat ini membuatkan tulang menjadi lebih keras (Vallet-Regi dan Gonzalez-Calbet, 2004).



**Rajah 2.2** Tulang keras terdiri daripada sel-sel hidup yang disebut osteosit (Vallet-Regi dan Gonzalez-Calbet, 2004).

### **2.2.2 Tulang Palsu Atau Tulang Sintetik**

Penggunaan tulang palsu atau tulang sintetik pada ketika ini adalah begitu meluas berdasarkan keperluannya yang sangat tinggi. Pada awal abad ke-20 dianggarkan hampir 1.5 juta pembedahan melibatkan tulang sintetik ini dilakukan setiap tahun hanya di Amerika Syarikat. Antara rawatan pembedahan melibatkan tulang sintetik ini adalah seperti penggabungan tulang belakang, pembaikan patah dalaman tulang, rawatan kecacatan tulang dan lain-lain lagi (Grabowski dan Cornett, 2013). Kejayaan proses rawatan pembedahan ini adalah berkait dengan jenis pemindahan yang berlaku dan sifat implan yang digunakan.

Terdapat empat jenis pemindahan yang berkait dengan proses implan untuk badan manusia iaitu allograf, autograf, xenograf dan isograf. Allograf adalah pemindahan sel, tisu atau organ penerima daripada penderma (genetik bukan sama) kepada spesies yang sama. Nama lain bagi pemindahan allograf ialah pemindahan allojenik atau homograf. Pemindahan allograf merupakan pemindahan yang selalu digunakan untuk melakukan pemindahan tisu dan organ manusia. Bagi pemindahan dari spesies lain dipanggil xenograf. Autograf pula berlaku apabila tisu dipindahkan dari satu bahagian yang lain pada pesakit yang sama. Akhir sekali bagi ialah pemindahan isograft iaitu pemindahan organ atau tisu daripada penderma genetik yang sama (seperti kembar yang serupa) (LeGeros, 1994).

Jenis pemindahan tisu ini amat berkait dengan kejayaan rawatan pembedahan kerana setiap pemindahan ini mempunyai risikonya yang tersendiri. Bagi pemindahan allograf, risikonya adalah untuk mendapatkan penderma tisu atau organ yang akan mengambil masa agak lama dan amat terhad. Selain itu faktor kesihatan



dan jangkitan tertentu mungkin berlaku kepada penerima tisu atau organ tersebut. Mungkin sebaliknya bagi risiko pemindahan autograf, namun pemindahan ini memerlukan pesakit berada pada keadaan kesihatan yang betul-betul baik untuk meneruskan kehidupan.

Inisiatif menggunakan jenis pemindahan xenograf atau lebih difahami sebagai pemindahan implan sintetik mungkin boleh mengurangkan risiko kepada pemindahan yang telah disebutkan sebelum ini jika dilakukan melalui kaedah dan bahan yang betul. Namun, untuk menggunakan jenis pemindahan xenograf ini, keimunan amat diperlukan untuk tisu hidup bertindakbalas dengan bahan implan (Boneva et al, 2001).

Oleh itu, kajian yang mendalam ke atas implan sedikit sebanyak boleh menyelesaikan pergantungan kepada tisu atau organ hidup yang amat terhad untuk diperolehi pada masa kini. Jadual 2.1 menunjukkan dengan lebih lanjut faktor-faktor yang memberi kesan kepada bahagian tisu melalui sifat implan. Subtajuk seterusnya meliputi pengetahuan tentang biobahan, jenis dan kegunaan sesuai dengan pengkajian bahan implan itu sendiri.

**Jadual 2.1** Faktor-faktor yang memberi kesan kepada bahagian tisu melalui sifat implan (Williams, 1987).

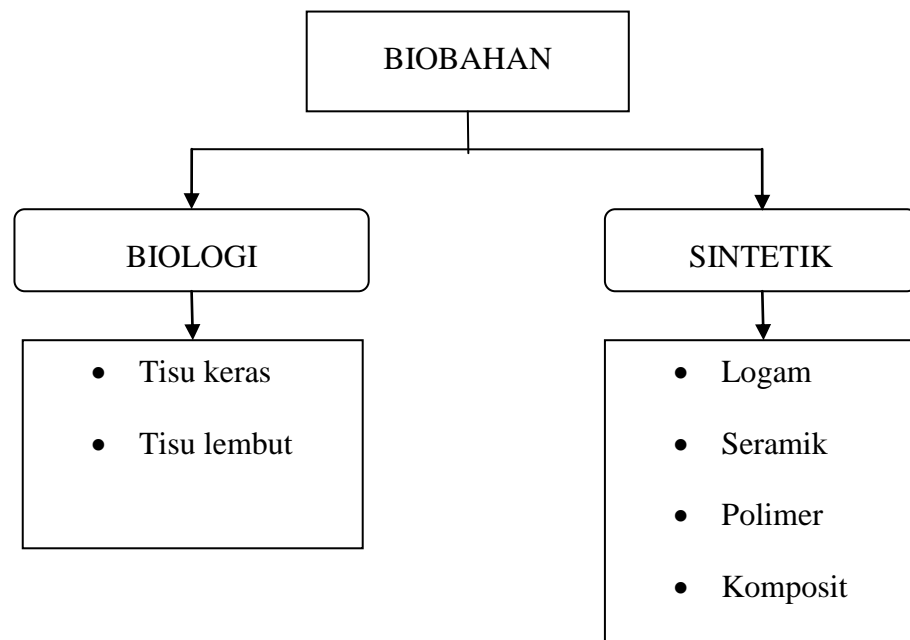
| <b>Bahagian tisu</b>            | <b>Bahagian implan</b>     |
|---------------------------------|----------------------------|
| Jenis tisu                      | Komposisi implan           |
| Kekuatan tisu                   | Fasa di dalam implan       |
| Umur tisu                       | Fasa implan                |
| Kitaran darah dalam tisu        | Morfologi permukaan implan |
| Kitaran darah di permukaan tisu | Permukaan berongga         |
| Pergerakan di permukaan tisu    | Aktiviti kimia             |

## **2.3 Biobahan**

### **2.3.1 Definisi Biobahan**

Biobahan selalu digunakan dengan tisu-tisu hidup kerana sifatnya yang serasi dengan benda hidup. Oleh itu, biobahan merupakan antara bahan yang begitu penting untuk keperluan dalam kehidupan manusia. Istilah biobahan ditafsirkan sebagai bahan sintetik atau bahan tidak hidup yang digunakan untuk menggantikan sel hidup atau berfungsi untuk mengaktifkan sel hidup dalam suatu sistem hidup (Black, 1992). Biobahan juga didefinisikan sebagai bahan sintetik yang dijadikan sebagai implan untuk menggantikan tisu hidup dan memenuhi fungsi normal tubuh manusia (Shi, 2006). Ada juga yang mentafsir biobahan sebagai bahan yang boleh berinteraksi dengan sistem biologi untuk mengubat, menambah, atau menggantikan sebarang tisu, organ atau fungsi badan yang lain (Williams, 1987).

Biobahan secara amnya terbahagi kepada dua jenis iaitu biobahan biologi dan biobahan sintetik. Pembahagian lanjut jenis-jenis biobahan ini boleh dirujuk daripada Rajah 2.3. Contoh jenis biobahan biologi ialah tulang atau struktur hidupan lain yang akan menjadi implan kepada manusia. Sebaliknya, contoh biobahan sintetik ialah bahan logam yang digunakan untuk menyokong tulang manusia yang patah sehingga tulang kembali pulih menerusi proses semulajadi. Bagi biobahan biologi, kebersihan dan pengawalan bakteria yang amat tinggi sangat diperlukan agar tidak berlaku sebarang infeksi negatif kepada pesakit. Begitu juga dengan biobahan sintetik, namun dari segi pengawalan bakteria dan juga kebersihannya lebih terjamin dan lebih selamat daripada biobahan biologi. Selain itu, kajian yang meluas ke atas sifat-sifat bahan dan keserasiannya terhadap tubuh badan manusia menyebabkan biobahan sintetik lebih dipilih untuk digunakan sebagai implan. Biobahan sintetik ini juga mudah diperolehi dengan harga yang lebih murah tanpa merosakkan alam semulajadi yang sedia ada.



**Rajah 2.3** Pengkelasan Biobahan (Black, 1992).

Terdapat empat kumpulan utama dalam biobahan sintetik yang digunakan dan pengkelasan kumpulan adalah berdasarkan sifat-sifat bahan itu sendiri. Oleh itu, setiap jenis bahan sintetik ini mempunyai kelebihan dan juga kekurangannya sendiri memandangkan sifat bagi setiap bahan adalah tidak sama. Selain itu, ia akan menyebabkan penggunaan bahan ini juga adalah berlainan dan mengikut kesesuaian bagi bahan tersebut. Jadual 2.2 menyenaraikan contoh, kelebihan, kekurangan dan juga kegunaan sesuai bagi setiap jenis bahan ini.

**Jadual 2.2** Biobahan yang digunakan dalam tubuh manusia (Bhat, 2005).

| <b>BAHAN &amp; CONTOH</b>   | <b>KELEBIHAN</b>         | <b>KEKURANGAN</b>                                       | <b>KEGUNAAN</b>  |
|---|--------------------------|---|--|
| POLIMER-nylon, getah silikon, poliester, politetrafluoroetilena, dan lain-lain.                             | Tahan,<br>Mudah dibentuk | Tidak kuat,<br>Berubah dengan masa,<br>Boleh degradasi. | Jahitan luka, bekas darah, soket pangkal paha, telinga, hidung, jenis tisu lembut yang lain.       |
| LOGAM-Titanium dan aloinya, aloi Kobalt-Kromium, keluli nirkarat, Aurum, Argentum, Platinum, dan lain-lain. | Kuat, Keras, Mulur       | Boleh karat,<br>Sukar dibentuk.                         | Penyambung sendi, plat dan skru tulang, implan gigi dan wayar jahitan luka.                        |
| SERAMIK-aluminium oksida, kalsium fosfat (termasuk hidroksiapatit), karbon.                                 | Bioserasi, mampatan kuat | Rapuh,<br>Tidak kuat,<br>Sukar dibentuk.                | Pergigian, penyambung sendi bahagian kepala femoral, lapisan dalam pergigian, dan implan ortopedik |
| KOMPOSIT- karbon-karbon, wayar atau tulang simen diperkuat fiber  | Kuat, hasilan jahitan.   | Sukar dibentuk.   | Implan sendi, Injap jantung.   |

### **2.3.2 Perkembangan Biobahan**

Walaupun biobahan dianggap bidang yang masih baru, namun hakikatnya biobahan ini sudah wujud ribuan tahun yang dahulu. Ahli arkeologi menemui sisa-sisa manusia yang mempunyai implan gigi logam sejak 200 tahun selepas Masihi, dan bahan ini diketahui telah digunakan sebagai bahan jahit oleh orang Mesir (Temenoff dan Mikos, 2008). Permulaan pengenalan kepada biobahan untuk kegunaan perubatan pula adalah apabila Dr. J. Lister memperkenalkan teknik pembedahan aseptik pada tahun 1860 (Lister, 1867). Kebanyakan penemuan awal biobahan untuk kegunaan perubatan menemui kegagalan kerana berlakunya jangkitan dan kegagalan untuk memahami konsep penting jangkitan ini. Selain itu, tindakbalas biologi terhadap bahan belum berkembang dan kajian ini masih belum wujud pada ketika itu (Bhat, 2005).

Kejayaan paling awal kegunaan implan untuk memulih tulang yang retak di dalam sistem tulang manusia didapati pada awal tahun 1900. Pada tahun tersebut, plat tulang diperkenalkan untuk membantu membetulkan kembali tulang panjang yang retak. Pada mulanya, kebanyakan plat tulang ini patah disebabkan rekabentuk mekanikal yang tidak memenuhi piawai, iaitu plat ini terlalu nipis dan tekanan pemusatan berlaku hanya pada satu sudut. Selain itu, bahan seperti vanadium dipilih kerana mempunyai sifat-sifat mekanikal yang baik pula mengalami masalah kakisan yang cepat di dalam badan dan ini menyebabkan halangan dalam proses pembaikan plat tulang yang retak (Lopez et al, 2002).

Namun, rekabentuk dan bahan yang lebih baik terus dikaji. Pada tahun 1930, kejayaan lebih baik tercapai di dalam pemulihan retak tulang dan pembedahan pertama penyambungan sendi dijalankan. Ini semua terhasil akibat pengenalan kepada bahan keluli tahan karat dan aloi kobalt kromium yang mempunyai sifat-sifat mekanikal yang lebih baik.

Seterusnya, perkembangan bidang biobahan meningkat secara signifikan selepas Perang Dunia II kerana bahan sintetik yang pada awalnya direka untuk digunakan dalam perang mudah diperolehi (Ratner dan Bryant, 2004). Penemuan pertama bagi biobahan jenis polimer berlaku apabila juruterbang kapal perang cedera akibat terkena bahagian langit pesawat yang diperbuat daripada polimer polimetilmetakrilat (PMMA) dan kecederaan ini tidak memberi kesan sakit yang kronik dalam badan manusia. Selepas itu, kegunaan PMMA semakin meluas digunakan untuk penggantian kornea dan juga pada bahagian tengkorak kepala yang rosak.

Kajian-kajian seterusnya adalah berkenaan bahan di dalam teknik pembedahan, penyambungan salur darah yang dikaji pada 1950 dan penyambungan injap jantung dan juga simen penyambungan sendi pada tahun 1960. Jadual 2.3 menunjukkan perkembangan biobahan yang digunakan untuk implan dalam tubuh manusia. Namun bagi biobahan jenis seramik, penemuan secara langsung tidak dinyatakan dalam ringkasan jadual ini. Ini kerana kemajuan bidang biobahan jenis seramik ini lebih banyak berlaku lewat abad ke 20, walaupun beberapa penemuannya telah berlaku lebih awal lagi. Walau bagaimanapun, ringkasan penggunaan bahan bioseramik boleh didapati dalam subtajuk yang berikutnya.

**Jadual 2.3** Jadual sejarah dan perkembangan biobahan (Park dan Lakes, 2007).

| TAHUN                          | PENYELIDIK                                 | PEMBANGUNAN  |
|--------------------------------|--|--|
| Lewat abad 18-19 <sup>th</sup> |  | Pelbagai bahan logam untuk menyelesaikan masalah retak tulang; wayar dan pin daripada Fe, Au, Ag, dan Pt.                        |
| 1860-1870                      | J. Lister                                  | Teknik pembedahan aseptik.   |
| 1886                           | H. Hansmann                                | Plat besi Nikel untuk plat tulang yang retak.  |
| 1893-1912                      | W.A. Lane                                  | Skru dan plat besi (Plat retak Lane).  |
| 1912                           | W. D. Sherman                              | Plat besi vanadium, pembangunan pertama untuk kegunaan perubatan; kurang nilai ketegangan pusat dan kakisan (Plat Sherman).      |
| 1924                           | A.A. Zierold                               | Stellites (Aloi CoCrMo) diperkenalkan.   |
| 1926                           | M.Z. Lange                                 | 18-8sMo besi tahan karat diperkenalkan, lebih baik dari 18-8 besi tahan karat.   |
| 1931                           | M.N. Smith-Petersen                        | Pembedahan pertama retak tulang femoral menggunakan besi tahan karat.  |
| 1936                           | C.S. Venable, W.G. Stuck                   | Vitalium® (19-9 besi tahan karat) diperkenalkan, kemudian menukar bahan tersebut dengan aloi CoCr.                               |
| 1938                           | P. Wiles                                   | Pertemuan pertama penyambungan pangkal peha palsu.   |
| 1939                           | J.C.Burch, H.M.Carney                      | Tantalum (Ta) diperkenalkan.   |
| 1946                           | J. and R. Judet                            | Rekabentuk pertama biomekanik penyambungan pangkal femoral palsu. Penggunaan pertama plastik (PMMA) di dalam penyambungan sendi. |
| 1940s                          | M. J. Dorzee, A.Franceschetti              | Penggunaan pertama akrilik (PMMA) untuk penggantian kornea.  |
| 1947                           | J. Cotton                                  | Ti dan aloinya diperkenalkan.  |
| 1952                           | A.B. Voorhees, A. Jaretzta, A.B. Blackmore | Kejayaan pertama penyambungan salur darah daripada kain untuk pertumbuhan tisu.  |
| 1958                           | S.Furman, G.Robinson                       | Kejayaan pertama rangsangan terus jantung.   |
| 1958                           | J. Charnly                                 | Kegunaan pertama simen tulang akrilik dalam penyambungan pangkal peha di bawah nasihat Dr. D. Smith.                             |
| 1960                           | A.Starr, M.L.Edwards                       | Pengkomersialan pertama injap jantung.   |
| 1970s                          | W.J. Kolff                                 | Penyambungan jantung.  |

### **2.3.3 Sifat-Sifat Biobahan**

Apabila bahan sintetik diletakkan di dalam tubuh manusia, tisu akan bertindakbalas dalam pelbagai keadaan bergantung kepada sifat bahan tersebut. Mekanisme penggabungan tisu dan bahan implan ini bergantung kepada tindak balas tisu kepada permukaan implan (Shin et al., 2003). Secara amnya, terdapat tiga jenis biobahan yang dikelaskan berdasarkan tindak balasnya terhadap kehadiran tisu. Jenis-jenis klasifikasi tersebut ialah biolengai, bioerap dan bioaktif.

#### **(a) Bahan Biolengai**

Istilah bahan biolengai adalah merujuk kepada sebarang bahan apabila diletakkan di dalam tubuh manusia, akan mempunyai saling tindakan yang minimum dengan persekitaran tisu-tisu hidup manusia. Contohnya ialah besi, titanium, alumina, sesetengah zirkonia terstabil dan polietilena berat molekul amat tinggi. Bagi bahan biolengai ini, kebiasaannya berbentuk kapsul berserat kerana ini berfungsi membantu penggabungan tisu di dalam implant (Behera, 2012).

#### **(b) Bahan Bioaktif**

Bahan bioaktif adalah merujuk kepada bahan yang akan berinteraksi dengan tulang (dan di dalam sesetengah kes juga berinteraksi dengan tisu-tisu lembut) apabila diletakkan di dalam tubuh manusia. Ini berlaku kepada implan dan tulang hidup mengikut masa dan tahap perubahan kinetik ke atas permukaannya. Apabila implan bioaktif ini berinteraksi dengan persekitaran bendalir badan, ion akan berubah dan hasilnya membentuk lapisan karbonat apatit (CHAp) di atasnya. Hablur bahan bioaktif ini hampir sama dengan fasa mineral di dalam badan dan contoh utama bagi biobahan bioaktif ialah sintetik hidroksiapatit [ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ], seramik kaca A-W dan biokaca (Will et al, 2012).

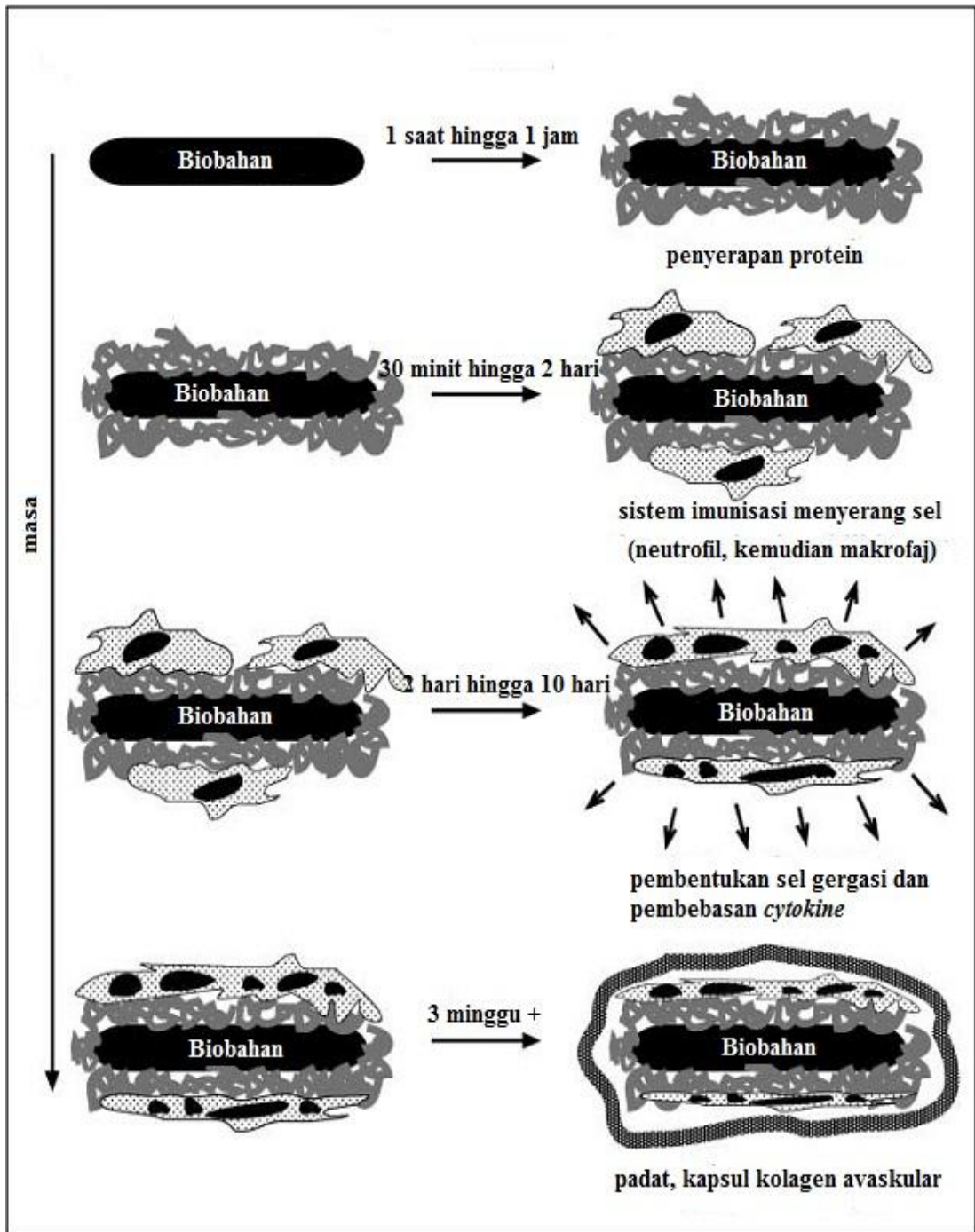


### **(c) Bahan Bioerap**

Bahan bioerap pula merujuk kepada bahan yang boleh larut dan berubah perlahan-lahan mengikut tisu-tisu badan manusia apabila dimasukkan di dalam badan manusia. Contoh bagi biobahan bioerap ialah trikalsium fosfat ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ) dan asid kopolimer poliaktik-poliglikolik. Kalsium oksida, kalsium karbonat dan gipsum adalah antara contoh lain yang sering digunakan semenjak tiga dekad akhir-akhir ini (Carter dan Norton, 2007).

Kejayaan biobahan dalam badan bergantung kepada faktor-faktor seperti sifat bahan, reka bentuk, dan sifat bioserasi bahan yang digunakan. Faktor kegagalan yang boleh berlaku ke atas biobahan, tetapi tiada dalam bahan kejuruteraan yang digunakan dalam konteks yang lain adalah kesan sistem keimunan badan pada implan. Selain itu, faktor-faktor lain yang boleh menyebabkan kegagalan ialah ketoksikan, mendorong reaksi alahan, atau menyebabkan kanser. Oleh itu, sifat bioserasi merupakan keperluan penting kepada biobahan iaitu keperluan yang berkaitan secara langsung dengan fungsi implan.

Rajah 2.4 menunjukkan mekanisme tindakbalas implan atau biobahan dengan tisu hidup. Selain sifat biobahan yang bioserasi, masa begitu diperlukan untuk menjadikan biobahan ini bergabung dengan tisu membentuk kembali tisu hidup dengan lengkap. Berdasarkan rajah, implan biobahan memerlukan masa paling minimum selama 21 hari untuk membentuk tisu hidup yang lengkap (Hench dan Wilson, 1993).



**Rajah 2.4** Mekanisme tindakbalas implan atau biobahan dengan tisu hidup (Hench dan Wilson, 1998).

## **2.4 Bioseramik**

### **2.4.1 Seramik**

Seramik diistilahkan sebagai seni dan sains untuk membuat dan menggunakan bahan pepejal yang mempunyai ciri-ciri tertentu, bahan bukan logam dan tidak organik (Kingery et al.,1976). Seramik adalah bahan refraktori, campuran polihablur, tidak organik, bahan silikat, oksida logam, karbida, dan pelbagai refraktori hidrida, sulfida, dan selenida. Bahan oksida seperti  $Al_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $SiO_2$ , dan  $ZrO_2$  mengandungi unsur logam, bukan logam dan garam ionik dalam setiap hablurnya (Park dan Lakes, 2007).

### **2.4.2 Jenis Bioseramik**

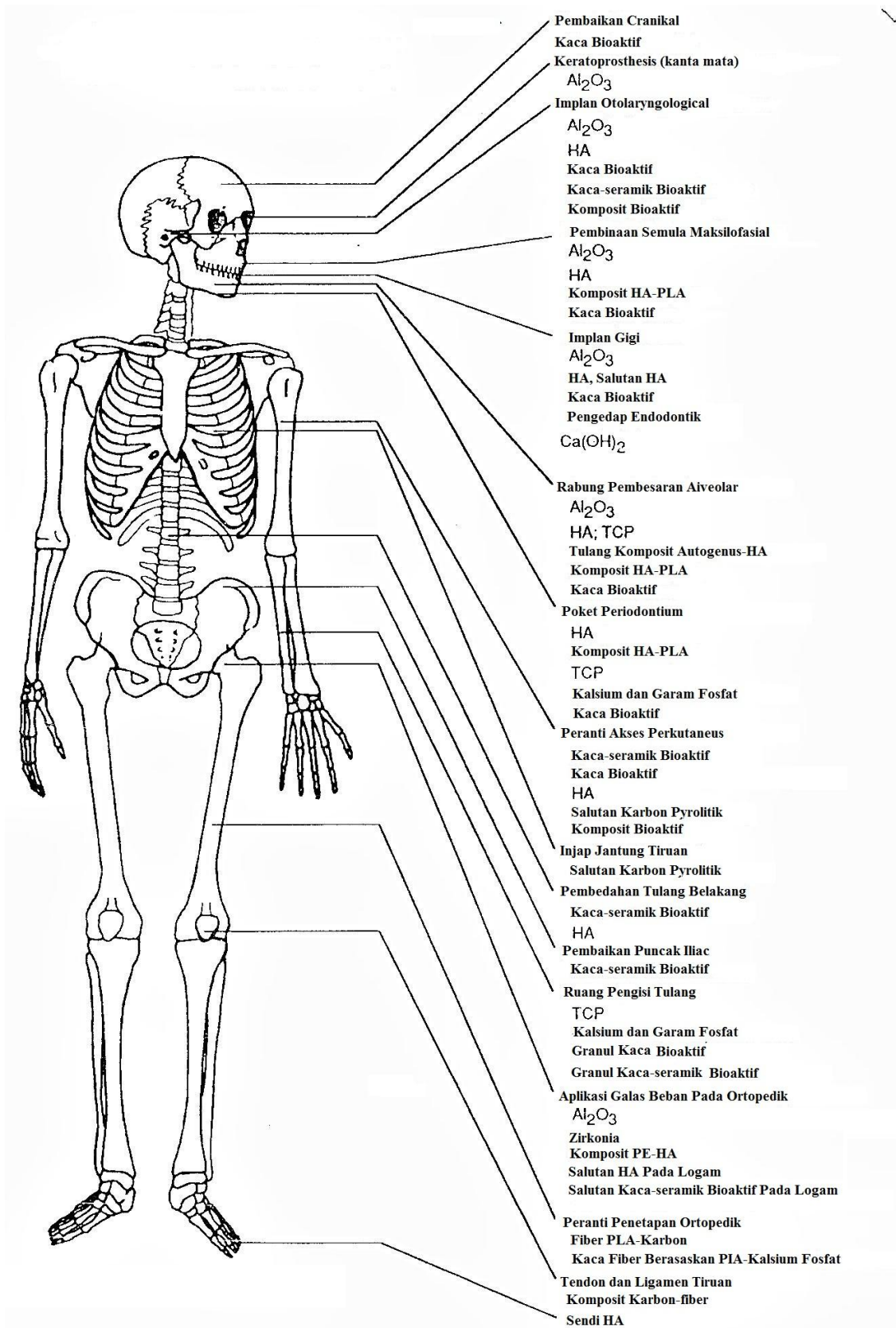
Istilah bioseramik merujuk kepada bahan seramik yang bioserasi, sesuai digunakan untuk tujuan bioperubatan atau klinikal. Bioseramik boleh dihasilkan dalam bentuk hablur ataupun amorfus, dan secara umumnya bioseramik dibahagikan kepada dua kumpulan bergantung kepada komposisi kimianya; kalsium fosfat (CP) dan keluarga kaca fosfat (penghabluran kaca atau seramik kaca) (Tanaka dan Yamashita, 2008).

Seramik yang digunakan untuk membentuk implan boleh diklasifikasikan sebagai tidak boleh menyerap (lengai), bioaktif atau permukaan reaktif (semi-lengai), dan biodegradasi (tidak lengai). Alumina, zirkonia, silikon nitrida dan karbon adalah bioseramik yang lengai. Seseengah kaca seramik dan hidroksiapatit adalah bioreaktif dan bagi kalsium fosfat dan kalsium alumina juga adalah seramik yang boleh menyerap (bioerap) (Park dan Lakes, 2007).

### 2.4.3 Kegunaan Bioseramik

Lewat abad ke-18 pengimplanan bioseramik dalam penggunaan perubatan untuk menyaluti bahan implan yang sistematik bermula dengan penggunaan porselin manakala pada lewat abad ke-19 pula menggunakan plaster Paris atau gipsum (kalsium fosfat dihidrat) sebagai pengisi tulang dalam ortopedik. Pada abad ke-20, dengan perkembangan kemajuan dalam teknologi seramik, lebih banyak lagi seramik berteknologi tinggi digunakan untuk kegunaan perubatan. Trikalsium fosfat diperkenalkan pada tahun 1920 sebagai bahan bioerap untuk mengisi ruang antara tulang. Walau bagaimanapun, trikalsium fosfat (TCP) dan plaster adalah seramik lemah, tidak mampu untuk menahan beban yang tinggi. Seramik yang lebih keras dan kuat tidak dijumpai sehinggalah pada tahun 1965 di mana bahan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) secara khususnya digunakan untuk sendi pinggul.

Pelbagai kegunaan bioseramik untuk tujuan perubatan telah digunakan pada masa kini. Rajah 2.5 menunjukkan kegunaan bahan bioseramik dalam tubuh badan manusia. Ini adalah meliputi proses pembaikan, penambahan, penggantian dan lain-lain lagi yang menggunakan bahan bioseramik seperti kaca bioaktif, alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), hidroksiapatit, trikalsium fosfat dan lain-lain.



**Rajah 2.5** Penggunaan bahan bioseramik dalam tubuh manusia (Park dan Lakes, 2007).