

‘Saya akui bahawa telah membaca karya ini dan pada pandangan saya karya ini adalah memadai dari segi skop dan kualiti untuk tujuan penganugerahan Ijazah Sarjana Muda Kejuruteraan Mekanikal (Struktur dan Bahan)’

Tandatangan :

Nama Penyelia 1 : WAN MOHD FARID BIN
WAN MOHAMAD

Tarikh : 27 MAC 2008

PENYEDIAAN SERBUK HIDROKSIAPATIT
MELALUI TEKNIK SOL GEL

IZAN SHUKRIZAL BIN SHUKOR

Laporan ini dikemukakan sebagai
Memenuhi sebahagian daripada syarat penganugerahan
Ijazah Sarjana Muda Kejuruteraan Mekanikal (Struktur & Bahan)

Fakulti Kejuruteraan Mekanikal
Universiti Teknikal Malaysia Melaka

MAC 2008

“Saya akui laporan ini adalah hasil kerja saya sendiri kecuali ringkasan dan petikan yang tiap-tiap satunya saya telah jelaskan sumbernya”

Tandatangan :
Nama Penulis : IZAN SHUKRIZAL BIN SHUKOR
Tarikh : 27 MAC 2008

UNTUK IBU DAN BAPA TERSAYANG

SHUKOR BIN SAINI

PARIDAH BTE KASSIM

ADIK-BERADIK YANG DISAYANGI

MOHD SHUKRI BIN SHUKOR

SHUKRI FAHMI BIN SHUKOR

SHUKRINA SYUHIDA BT SHUKOR

DAN RAKAN-RAKAN SEPERJUANGAN

PENGHARGAAN

Bersyukur kehadiran Ilahi kerana dengan limpah dan kurnia-Nya dapatlah saya menyiapkan kajian saya ini dengan sempurna. Saya juga bersyukur kerana sepanjang saya menuntut ilmu di Universiti Teknikal Malaysia Melaka (UTeM) dipermudahkan oleh-Nya untuk menerima ilmu yang diajari.

Dikeempatan ini saya ingin mengucapkan setinggi-tinggi ucapan terima kasih kepada penyelia En. Wan Mohd Farid bin Wan Mohamad kerana bantuan, sokongan dan juga kesabaran beliau dalam menyelia kajian saya ini selama lebih kurang setahun. Dari itu saya berasa berbangga kerana menjadi salah seorang pelajar dibawah seliaan beliau. Ini kerana, tanpa ilmu yang beliau miliki itu tidak mungkin saya dapat menyiapkan kajian ini dengan sempurna.

Saya juga ingin mengucapkan berjuta-juta terima kasih kepada juruteknik yang berpengalaman iaitu Encik Ismail Ibrahim (Makmal kimia), Encik Mahader Muhamad (makmal struktur dan sains bahan), Hairulhisham bin Rosnan (Makmal polimer) dan Azhar Shah bin Abu Hassan (Makmal bahan kejuruteraan) diatas pertolongan yang telah diberikan semasa kajian dilakukan. Tanpa pertolongan mereka tidak mungkin saya dapat menyiapkan kajian ini.

Tidak lupa juga kepada kawan-kawan yang mana telah banyak memberi pertolongan dan dorongan dalam menyiapkan tesis ini. Akhir sekali, ucapan terima kasih yang tidak terhingga saya ucapkan kepada kedua ibu bapa tercinta kerana berkat doa mereka dapatlah kajian ini disiapkan. Terima kasih semua.

ABSTRAK

Kajian ini hanya menentukan bahan yang akan digunakan dalam eksperimen yang ingin dijalankan. Bagi penyediaan hidroksiapatit melalui teknik sol gel, bahan mentah yang telah dipilih ialah *triethyl phosphate* (Acros, 99%), *calcium nitrate tetrahydrated* (Acros, 99%) dan *2-metoxiethanol ether* (Acros, 99+%). Bagi penyediaan hidroksiapatit melalui teknik sol gel, terdapat 5 proses penting iaitu proses campuran bahan mentah, proses penuaan, proses pengelatan, proses pengeringan dan proses pengkalsinan. Dalam kajian ini, sampel akan dianalisis di proses pengkalsinan dengan mengubah pemboleh ubah masa dan suhu. Julat suhu yang diambil ialah $600^{\circ}\text{C} < T < 1200^{\circ}\text{C}$ dan julat masa $11\text{jam} < t < 13\text{jam}$. Sebanyak 10 sampel diperlukan untuk dianalisis dari segi suhu dan masa ketika pengkalsinan. Analisis pencirian akan menggunakan pembelauan sinar-X (XRD), dan mikroskop elektron imbasan (SEM).

ABSTRACT

In this study, the main solution that be choose for preparation of Hydroxyapatite using the sol gel method is *triethyl phophate* (Acros, 99.9%), *calسيوم nitrate tetrahydradted* (Acros, 99%) and *2-metoksiethanol ether* (acros, 99+%). There are 5 processes for preparation of hydroxyapatite using sol gel method such as mixing, aging, gelation, drying and firing process. For this study, the analysis will be done at firing process that make the sample for different range of temperature ($600\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$) and range of time ($11\text{h} < t < 13\text{h}$). There are 10 sample to analyze their characteristics for different in temperature and time for firing process. The characteristic process that were used X-ray diffraction analysis (XRD), and scanning Electronic Microscopy (SEM).

SENARAI JADUAL

BIL.	TAJUK	MUKA SURAT
2.1	Jadual campuran phosphorus yang digunakan dalam kaedah sol gel	6
3.1	Komposisi bahan mentah bagi penyediaan serbuk HAp melalui teknik sol gel	21
3.2	Penyediaan sampel semasa proses Pengkalsinan	22
3.3	Ujian-ujian pencirian terhadap sampel	23
4.2	Pemboleh ubah dan hasil serbuk sebelum dan selepas proses pengkalsinan	28
4.3	Kuantiti puncak dalam XRD mengikut sampel	34
4.4	Anggaran saiz partikel bagi setiap sampel dalam ujian SEM	37

SENARAI RAJAH

BIL.	TAJUK	MUKA SURAT
2.1	Mikrostruktur sampel melalui teknik sol gel	9
2.2 (a)	Mikrostruktur sampel terhasil	10
2.2 (b)	Serbuk disinter tanpa tindak balas	10
2.2 (c)	serbuk disinter dengan tindak balas di dalam air	10
2.3	XRD analisis pada proses pengeringan, dan pengkalsinan pada suhu 600°C dan 800°C.	11
2.4	XRD sampel untuk a) Tanpa tindak balas b) Dengan tindak balas asid c) Dengan tindak balas air	12

BIL.	TAJUK	MUKA SURAT
2.5	XRD Hap using a) tributhil phospahte b) diisopropyl phosphite c) trimetyl phosphate d) triethyl phosphite e) diethyl phospite	13
2.6 (a)	FTIR pada sampel yang disinter (sebelum tindakbalas asid)	14
2.6 (b)	FTIR pada sampel yang disinter (selepas tindakbalas asid)	14
2.6 (c)	FTIR pada sampel yang disinter dalam larutan ethanol	14
3.1	Proses penyediaan hidroksiapatit melalui teknik sol gel	16
3.2	Penggunaan pH meter	17
3.3	Penggunaan Pengaduk bermagnetik	18
3.4	Pembalikan sinar-X dari dua satah atom dalam pepejal	19
3.5	Skema diffraktometer serbuk sinar-X	19
3.6	Prinsip aplikasi SEM	20
4.1	Proses penyediaan sampel (a) Selepas proses campuran (jernih) (b) selepas diaduk 4 hari (keruh) (c) gel yang terhasil	26

BIL.	TAJUK	MUKA SURAT
4.3	Paten XRD bagi sampel selepas proses pengeringan selama 4 jam pada suhu 190°C	29
4.4	Paten XRD bagi serbuk hidroksiapatit (a) masa pengkalsinan 11 jam (b) masa pengkalsinan 12 jam (c) masa pengkalsinan 13 jam. Kesemua sampel diklasinkan pada suhu yang sama iaitu pada suhu 600°C	30
4.5	Paten XRD bagi serbuk hidroksiapatit (a) masa pengkalsinan 11 jam (b) masa pengkalsinan 12 jam (c) masa pengkalsinan 13 jam. Kesemua sampel diklasinkan pada suhu yang sama iaitu pada suhu 800°C	31
4.6	Paten XRD bagi serbuk hidroksiapatit (a) masa pengkalsinan 11 jam (b) masa pengkalsinan 12 jam (c) masa pengkalsinan 13 jam. Kesemua sampel diklasinkan pada suhu yang sama iaitu pada suhu 1200°C	32
4.7	Graf kuantiti puncak HAp melawan sampel berdasarkan analisis XRD	32
4.8	Bentuk partikel bagi serbuk selepas proses pengeringan selama 4jam; dengan kuasa pembesaran 1.0K.	35

BIL.	TAJUK	MUKA SURAT
4.9	Bentuk partikel bagi serbuk selepas proses pengkalsinan selama 11jam pada suhu 600°C; dengan kuasa pembesaran 1.0K	36
4.10	Bentuk partikel bagi serbuk selepas proses pengkalsinan selama 11jam pada suhu 800°C; dengan kuasa pembesaran 1.0K	36
4.11	Bentuk partikel bagi serbuk selepas proses pengkalsinan selama 11jam pada suhu 1200°C; dengan kuasa pembesaran 1.0K	36

KANDUNGAN

BAB	PERKARA	MUKA SURAT
	PENGESAHAN	i
	HALAMAN JUDUL	ii
	PENGAKUAN	iii
	DEDIKASI	iv
	PENGHARGAAN	v
	ABSTRAK	vi
	ABSTRACT	vii
	SENARAI JADUAL	viii
	SENARAI RAJAH	ix
BAB I	Pengenalan	
	1.1 Latar Belakang	1
	1.2 Masalah dihadapi	2
	1.3 Objektif	3
	1.4 Skop Projek	3
	1.5 Aplikasi Dalam Industri	4
BAB II	Kajian Ilmiah	
	2.1 Penyediaan Sampel	5
	2.2 Sintesis Bahan	7
	2.3 Analisis Pencirian	9

BAB	PERKARA	MUKA SURAT
BAB III	KAEDAH KAJIAN	
	3.1 Pengenalan	15
	3.2 Bahan Mentah dan Peralatan	17
	3.3 Kaedah Penyediaan Sampel	21
	3.4 Analisis Pencirian	23
BAB IV	KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN	
	4.1 Penyediaan sampel	25
	4.2 Penyediaan serbuk Hidroksiapatit	27
	4.3 Analisis pencirian serbuk hidroksiapatit	29
BAB V	KESIMPULAN DAN CADANGAN	38
	RUJUKAN	41
	LAMPIRAN A	43
	LAMPIRAN B	46

BAB I

Pengenalan

1.1 Latar belakang

Kajian ini merupakan penyediaan serbuk hiroksiapatit melalui teknik sol gel. Hidroksiapatit $[Ca_{10}(PO_4)(OH)_2]$ yang biasanya dikenali sebagai HAp merupakan hablur yang menyerupai struktur kimia dengan bahan mineral didalam tulang dan gigi. Kajian telah banyak dilakukan sepanjang 30 tahun ini untuk mensintesis kalsium fosfat kerana mempunyai kepenggunaan yang meluas dalam bidang pertulangan dan pergigian.

Hidroksiapatit merupakan bahan bioseamik yang banyak digunakan untuk membaikpulih, menyambung, dan membina kembali kerosakan tulang-tulang tisu yang berada didalam badan manusia. Bahan ini juga boleh digunakan untuk tisu-tisu lembut.

Penyediaan hidroksiapatit boleh dilakukan dengan pelbagai teknik seperti teknik pemendakan, hidrotermal, sol gel dan lain-lain. Teknik sol gel dipilih kerana proses ini menghasil campuran yang sempurna dipermulaan eksperimen dan memberikan sifat homegen kimia yang lebih baik dari proses-proses yang lain.

Sejak kebelakangan ini, teknik sol gel lebih popular dipilih daripada teknik-teknik yang lain kerana teknik ini menghasilkan kehomogenan yang tinggi di akhir proses penyediaan serbuk hidroksiapatit. Proses sol gel bagi penghasilan HAp sering kali digunakan untuk menyediakan pelbagai bahan seramik seperti filem, serbuk, fiber, penyalutan besi dan penghasilan jasad seramik tumpat. Ia melibatkan sama ada dengan penggunaan bahan tambah atau penggabungan dengan teknik-teknik lain seperti teknik pemendakan, teknik hidrotermal, teknik konvensional dan lain-lain.

Kelemahan bagi penggunaan teknik sol gel, memerlukan kos bahan mentah yang amat tinggi berbanding teknik-teknik yang lain. Oleh sebab itu, teknik sol gel bagi penyediaan HAp ini digunakan untuk menyerupai struktur yang sama dengan struktur kimia yang terdapat didalam tulang manusia dan haiwan yang memerlukan kehomogenan bahan yang tinggi pada suhu yang rendah.

Kebanyakan proses-proses sol gel bermula dengan campuran cecair bukan akues yang berbeza yang mengandungi unsur kalsium dan fosfat bagi penyediaan HAp. Dalam kajian ini, *Triethyl phosphate* dan *calcium nitrate tetrahydrated* digunakan, manakala *2-metoxiethanol* ether merupakan pelarut organik bagi penghasilan Hidroksiapatit. Campuran yang terhasil di aduk sehingga membentuk gel pada suhu dan sela masa tertentu. Kemudian proses pengeringan dan pengkalsinan dijalankan bagi pembentukan serbuk HAp.

1.2 Masalah yang dihadapi

Masalah yang dihadapi untuk kajian ini ialah faktor penghad bagi kaedah sol gel dimana pelarut alkohol dan air mungkin tidak sesuai bagi pembentukkan serbuk yang lebih sensitif dari pelarut yang digunakan.

Selain itu, penghasil serbuk melalui kaedah sol gel ini sedikit berbanding dengan kaedah-kaedah yang lain. Kaedah sol gel mesti dilakukan dengan berhati-hati dengan sukatan yang betul supaya tidak berlaku pembaziran.

1.3 Objektif

Kajian ini akan mengkaji kesan masa dan suhu pemansan yang berbeza sebelum dan selepas pengkalsinan keatas serbuk HAp ini. Semua faktor ini akan dikaji di setiap proses untuk penghasilan serbuk HAp.

Selain itu, objektif kajian ini ialah membuat perbandingan saiz pertikel dan ketumpatan pukal bagi setiap serbuk HAp. Analisis serbuk HAp ini akan di kaji menggunakan alat Mikroskop Eletron Imbasan (SEM) dan alat pembelauan sinar-X (XRD).

1.4 Skop projek

Skop yang pertama bagi kajian ini ialah menentukan bahan mentah yang akan dipilih untuk penyediaan penghasilan Hidoksiapatit (HAp). Penentuan bahan mentah dipilih berdasarkan sumber dari pembacaan jurnal-jurnal, internet dan buku-buku yang berkaitan dengan proses sol gel.

Skop projek yang kedua ialah mengenalpasti bentuk serbuk yang akan terbentuk setelah proses penyediaan dijalankan. serbuk yang terbentuk akan di analisis untuk memastikan sifat ketulenan dan menepati nisbah Ca/P yang telah ditetapkan. Warna dan komposisi kimia hablur HAp dianalisis diakhir kajian.

Skop yang ketiga bagi penyediaan hidroksiapatit ialah mengenal pasti dan menetapkan pembolehubah seperti nilai pH, masa pengelan dan suhu pemanasan semasa proses penyediaan serbuk HAp. Pemboleh-boleh ubah ini memainkan peranan penting dalam setiap proses penyediaan HAp untuk memastikan penghasilan HAp yang sempurna.

Skop keempat bagi kajian ini ialah menghasilkan serbuk HAp yang mempunyai struktur berhablur. Penghasilan hidroksiapatit yang berstruktur hablur mestilah mengikut prosedur-prosedur yang telah di ditetapkan.

Skop kelima ialah melakukan ujian-ujian pencirian ke atas serbuk HAp. Ujian-ujian pencirian adalah amat penting bagi memastikan kajian ini berjaya dengan sempurna. Ujian ini akan menunjukkan ciri-ciri hablur dan serbuk yang terhasil daripada eksperimen yang telah dijalankan. Pencirian ini dilakukan dengan menggunakan teknik yang berbeza-beza mengikut ciri-ciri yang ingin dikenalpasti. Antara teknik yang akan dilakukan ialah teknik penentuan ratio Ca/p , analisis mikroskop elektron imbasan (SEM), dan analisis pembelauan sinar-x (XRD).

Skop yang keenam pula, mengenalpasti aplikasi HAp dalam industri berkaitan. Pada hari ini, Hap banyak digunakan dalam bidang bioperubatan. HAp dikenalpasti mempunyai struktur kimia yang sama dengan struktur kimia gigi dan tulang. Oleh itu, aplikasi HAp lebih tertumpu dalam bidang ini.

1.5 Aplikasi dalam industri

Hidroksiapatit (HAp) merupakan bahan yang sangat penting dalam pembentukkan semula tulang, penyalutan tulang dan pembaikpulihan tisu-tisu lembut yang rosak. HAp juga digunakan dalam industri pergigian kerana struktur kimia HAp menghampiri struktur kimia gigi semulajadi.

Teknik sol gel banyak digunakan di industri kerana ia menghasilkan bahan yang berhomogenan tinggi, menggunakan suhu yang lebih rendah dan stabil dari segi struktur kimia serta fizikal. Teknik sol gel lebih cenderung kearah penyalutan dan penghasilan serbuk halus yang berbentuk filem. Selain itu hidroksiapatit ini disediakan dalam bentuk jasad seramik tumpat, serbuk, dan monolit. Pada masa kini, HAp ini telah melangkah kesatu tahap yang tinggi iaitu penghasilan hidroksiapati bersaiz nano dimana ia lebih sesuai untuk penyalutan dan pencantuman tulang yang terdapat dalam badan manusia dan haiwan.

BAB II

KAJIAN ILMIAH

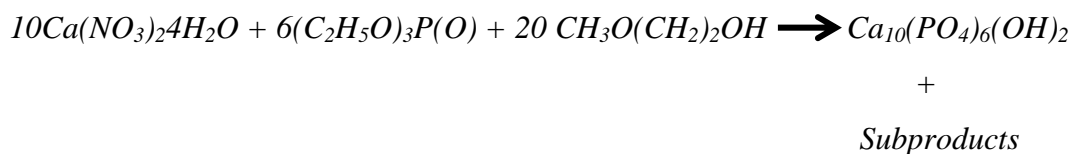
2.1 Penyediaan sampel

Bagi penghasilan sampel serbuk hidroksiapatit, pengkaji-pengkaji telah menggunakan pelbagai kaedah dan bahan mentah bagi memastikan serbuk HAp benar-benar mencapai nisbah Ca/P bernilai 1.67.

C. Guzman *et al.* (2005) telah menjalankan kajian hidroksiapatit stoikometri dengan telah menggunakan pelbagai kaedah untuk diperbandingkan kelebihan dan kekurangan kaedah yang dipilih. Kaedah yang dipilih ialah kaedah pemendakan dan kaedah solgel. Kaedah pemendakan terbahagi kepada dua iaitu kaedah pemendakan pertama dan kaedah pemendakan kedua. Bagi menghasilkan hidroksiapatit dengan menggunakan kaedah sol gel.

Penghasilan hidroksiapatit melalui kaedah sol gel menggunakan *triethyl phosphate* (aldrich, 99.8%), *calcium nitrate tetrahydrated* (baker, 99.9%) dan *2-methoxyethanol ether* (aldrich, 99.3%) di gunakan sebagai bahan pelarut organik. Semasa peringkat pertama tindakbalas untuk penghasilan hidroksiapatit *ester phosphate* dihidrolisis dengan air dan dicampurkan dengan campuran sebelumnya.

Persamaan tindakbalas kimia proses ini:



Aldona Beganskiene *et al.* (2006) telah menggunakan pelbagai kumpulan alkil phosphate yang berbeza dan dicampur dengan *calcium acetylacetonate* untuk mendapatkan nilai nisbah Ca/P yang dikehendaki. Ia telah menggunakan *trimethyl phosphate*, *tributyl phosphate*, *triethyl phosphite*, *diethyl phosphite* dan *diisopropyl phosphate*. Kumpulan alkil phosphate ini akan dicampurkan dengan bahan pelarut ditetapkan. (rujuk Jadual 2.1)

Jadual 2.1: Jadual campuran phosphorus yang digunakan dalam kaedah sol gel

No.	Campuran Phosphorus		pelarut
	Nama	formula	
1	<i>trimethyl phosphate</i>	$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{PO}$	EtOH/H ₂ O (4:1)
2	<i>tributyl phosphate</i>	$(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}$	EtOH/H ₂ O (4:1)
3	<i>triethyl phosphite</i>	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{P}$	EtOH
4	<i>diethyl phosphite</i>	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{POH}$	EtOH
5	<i>diisopropyl phosphate</i>	$(\text{C}_3\text{H}_7\text{O})_2\text{POH}$	EtOH

Setelah mendapat sebatian *calcium tetrahydrate 2,4-pentadione* akan dicampurkan dengan air suling. Bagi mendapatkan nilai pH yang dikehendaki *ammonium hydroxide* ditambah dalam sebatian tersebut.

U, Vijayalakshmi *et al* membuat kajian hidroksiapatit dengan menggunakan kaedah sol gel dan menggunakan *calcium acetate* dan *ethyl phosphate* sebagai bahan asal. Penyediaan larutan dilakukan ditempat yang berlembapan rendah kerana larutan ini mudah bertindabalah dengan atmosfera. Larutan *phosphate* dimasukkan kedalam pengaduk bermagnetik untuk mendapatkan nilai nisbah Ca/P mencapai 1.67.

2.2 Sintesis bahan

C. Guzman *et al.* (2005) telah menggunakan bahan 23.483g $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, 10.2mL $(C_2H_5O)_3P(O)$, dan 15.6mL $CH_3O(CH_2)_2OH$ bagi mendapatkan nilai nisbah Ca/P kepada nilai 1.667. Semasa campuran ini diadukkan atau dikacau bekas ini perlulah ditutup sentiasa sehingga campuran homogen terbentuk.

Hablur *calcium nitrate tetrahydrated* dan *2-metoksiethanol ether* di tempatkan didalam *Erlenmeyer flask*, dikacau dan kemudiannya *triethyl phosphate* ditambah. Pembekuan campuran ini dilakukan dengan membuka bekas Elenmeyer dan suhu dinaikkan dalam julat $90\text{ }^\circ\text{C} < T < 100\text{ }^\circ\text{C}$. Di peringkat akhir proses akan terbentuk satu gel yang berwarna kuning. Kemudian ia akan di keringkan dan dibasuh. Akhir sekali ia akan dibakar selama 12 jam pada suhu $1200\text{ }^\circ\text{C}$ dan HAp akan terbentuk.

Aldona Beganskiene *et al.* (2006) telah memilih pelbagai bahan dari kumpulan alkil phosphate untuk menghasilkan calcium nitrate tetrahydrate. Selepas serbuk *calcium nitrate tetrahydrate* dihasilkan sebanyak 0.5g yang berkepekatan 0.02 mol dan *2,4-pentadione* sebanyak 7g berkepekatan 0.07 mol dilarutkan didalam 25ml

air suling. Bagi mendapatkan nilai pH 9, *ammonium hydroxide* ditambah kedalam larutan tadi. Nisbah bagi Ca/P yang digunakan ialah 1.67.

Larutan phosphorus yang terhasil (0.03 mol dalam 15ml alcohol) dititiskan sedikit demi sedikit kedalam larutan *calcium acetylacetate* (0.05 mol dalam 25ml alcohol) yang dikacau. Sol itu kemudiannya dicampurkan dan dilakukan proses penuaan selama 2 jam pada suhu bilik. Selepas itu, larutan yang pekat terhasil dari penyejatan perlahan pada suhu 65°C. Gel kering yang terhasil akan dikisar dengan batu lesung dan dikalsinkan pada suhu 250°C selama 6 jam. Selepas dikalsinkan, gel kering itu akan disejukkan selepas dipanaskan pada suhu yang berbeza (400, 600, 750 dan 1000°C) selama 3 jam dan hidroksiapatit terhasil.

U. vijayalakshimi mencampurkan *calcium acetate* dengan *tri ethyl phosphate* dan kajian ini dilakukan ditempat yang berlembapan rendah kerana *calcium acetate* amat mudah terlarut didalam air. Larutan phosphate dititiskan sedikit demi sedikit kedalam larutan yang mengandungi kalsium yang dikacau didalam pengaduk bermagnetik sehingga mencapai nisbah Ca/P 1.67 dan larutan campuran yang terhasil ditambah masa pengadukkan selama 10 minit pada suhu persekitaran.

Persediaan ini akan dimasukkan kedalam kotak yang mengandungi wap nitrogen. Larutan itu kemudiannya akan menjalankan proses penuaan selama 24 jam. Disepanjang masa ini, nilai pH dan masa pengelatan diperhatikan. Gel yang terhasil akan dikeringkan pada suhu 120°C selama 16 jam.

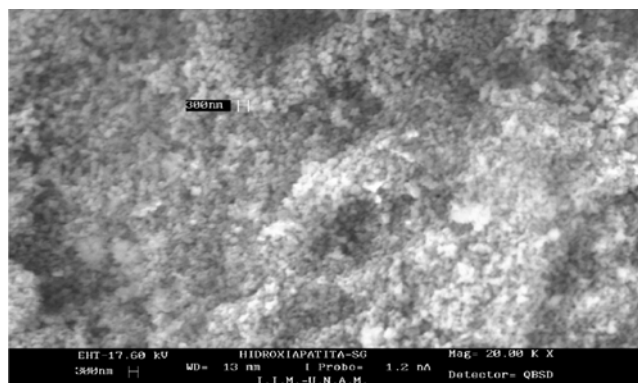
Serbuk kering yang terhasil akan diseterilkan pada 900°C selama 2jam. Serbuk yang terhasil akan dibasuh dengan 0.01M HCL dan air untuk mengasingkan *calcium carbonate*. kemudian ia akan diturunkan dengan menggunakan kertas turas dan dikeringkan selama 3jam pada suhu 300°C.

2.3 Analisis pencirian

Ujian pencirian merupakan ujian yang dilakukan untuk menganalisis komposisi bahan, ketumpatan bahan dan ketulenahan bahan tersebut. Alatan yang digunakan untuk menganalisis hidroksiapatit ialah analisis mikroskop elektron imbasan(SEM), Pembelauan sinar-X (XRD) dan Analisis Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR).

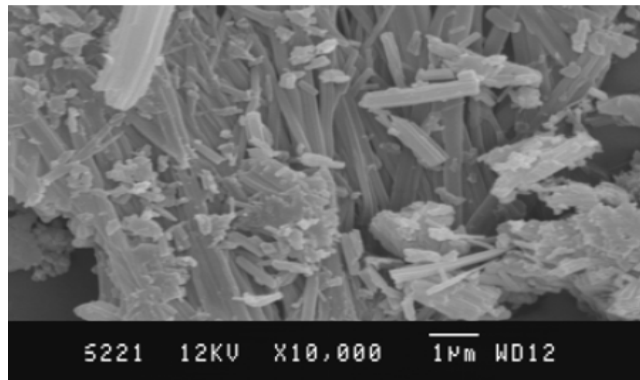
2.3.1 Analisis mikroskop elektron imbasan(SEM)

C. Guzman et al (2005) telah menggunakan SEM untuk mengenal pasti saiz partikal hasil daripada pembentukan serbuk hidroksiapatit. Mikrostruktur hablur di analisis dengan menggunakan Leica Cambrige streoscan 440. Gambarajah 2.1 menunjukkan saiz partikel bagi hasil kajian yang telah dijalankan. Saiz parikel hidroksiapatit yang terhasil sangat kecil iaitu bersaiz 300 nm.

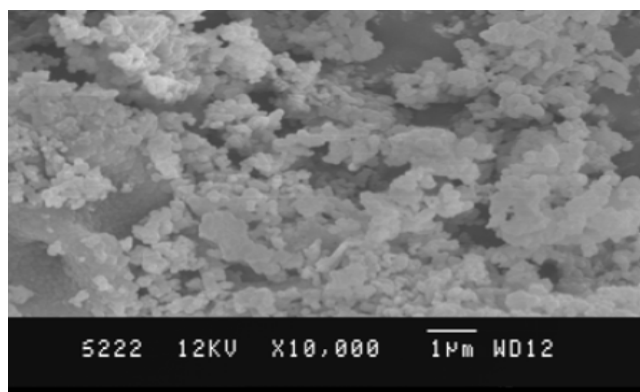


Rajah 2.1 : mikrostruktur sampel melalui teknik sol gel.

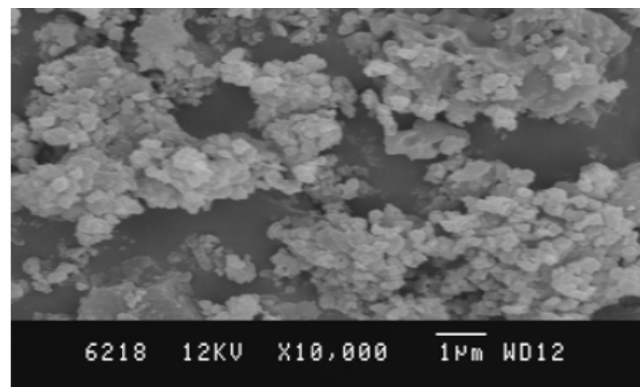
U. Vijayalakshimi et al (2006) telah melakukan analisis sampel dengan menggunakan SEM jenis model Pihilips 501 untuk menganalisis mikrostruktur hablur dan moforlogi hablur. Mirkostruktur hablur di analisis dengan menggunakan tiga bahan yang berlainan sampel seperti sampel hablur yang terhasil, sampel hablur yang telah disinter dan tanpa tindak balas dan sampel hablur yang telah disinter dengan tindak balas di dalam air.



Rajah 2.2(a) : Mikrostruktur sampel terhasil



Rajah 2.2 (b) : Serbuk disinter tanpa tindak balas



Rajah 2.2 (c): serbuk disinter dengan tindak balas di dalam air