

Optimalisasi Temperatur Sintering Pada *Sintered Body* Hidroksiapatit Dengan Penambahan Silika Sebagai Material Penguat

Ade Indra^{1*}, Erdinal Febri², Azisyam Pajri³

^{1,2,3}Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Institut Teknologi Padang

^{1*}adeindra@itp.ac.id

Abstract

Sintered body hydroxyapatite (HA) in the form of pellets has been made by adding silica as a reinforcing material (ratio 60:40 wt.%) by varying the sintering temperature. HA and silica were subjected to a dry mixing process for 2 h, then a wet mixing process was carried out for 2 h with the addition of PVA and alcohol as a binder. The mixing process uses a rotary drum with the addition of zirconia balls with the aim of making the mixture more homogeneous. After the mixing process, the samples were dried for 48 h to remove the alcohol contained. The green body was made using the uniaxial pressing method at a pressure of 100 MPa and held for 3 minutes. The sintering process is carried out variously at temperatures of 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, and 1400°C. with a heating rate of 5°C/minute and holding time of 4 h. Next, the temperature was lowered to 300°C with a cooling rate of 5°C/minute. The results showed that linear shrinkage increased significantly (weight shrinkage increased 12.83% - 25.08% and diameter shrinkage increased 3.26% - 23.21%). The results of the relative density calculation show that there is a significant increase with each variation in sintering temperature, where the increase occurs from 44.4% - 85.6%. The compressive strength value also shows an increase with increasing sintering temperature, namely from 21.2 MPa at 800 °C to 65.9 MPa at 1300 °C. Meanwhile, at a sintering temperature of 1400°C, compressive strength values decreased and oxidation occurred as evidenced by color changes. It can be concluded that the optimization of the sintering process occurs at a temperature of 1300 °C which is proven by the highest compressive strength value and no oxidation occurs.

Keywords: Hydroxyapatite, silica, sintering temperature, compressive strength.

Abstrak

Sintered body hidroksiapatit (HA) berbentuk *pellets* telah dibuat dengan penambahan silika sebagai material penguat (rasio 60:40 % berat) dengan memvariasikan temperatur sintering. HA dan silika dilakukan proses *mixing* kering selama 2 jam, selanjutnya dilakukan proses *mixing* basah selama 2 jam dengan penambahan PVA dan *alcohol* sebagai binder. Proses *mixing* tersebut menggunakan *rotary drum* dengan penambahan *zirconia ball* dengan tujuan agar campuran lebih homogen. Setelah dilakukan proses *mixing* sampel dikeringkan selama 48 jam untuk menghilangkan alkohol yang terkandung didalamnya. Pembuatan *green body* dilakukan dengan metode *uniaxial pressing* pada tekanan 100 MPa dan ditahan selama 3 menit. Proses sintering dilakukan secara bervariasi pada temperatur 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, dan 1400°C. dengan *heating rate* 5°C/menit dan *holding time* 4 jam. Selanjutnya temperatur diturunkan sampai 300°C dengan *cooling rate* 5°C/menit. Hasil menunjukkan bahwa susut linier terjadi peningkatan nilai yang signifikan (susut berat meningkat 12,83% - 25,08% dan susut diameter meningkat 3,26% - 23,21%). Hasil perhitungan *relative density* menunjukkan terjadi peningkatan yang signifikan pada setiap variasi temperatur sintering, dimana peningkatan terjadi dari 44,4% - 85,6%. Nilai *Compressive strength* juga menunjukkan peningkatan seiring dengan naiknya temperatur sintering yaitu dari 21,2 MPa pada 800°C menjadi 65,9 MPa pada 1300°C. Sedangkan pada temperatur sintering 1400°C mengalami penurunan nilai *compressive strength* dan terjadinya oksidasi yang dibuktikan adanya perubahan warna. Dapat disimpulkan bahwa optimalisasi proses sintering terjadi pada temperatur 1300°C yang dibuktikan dari nilai *compressive strength* yang paling tinggi dan tidak terjadi oksidasi.

Kata kunci: hidroksiapatit, silika, temperatur sintering, *compressive strength*.

1. Pendahuluan

Keramik merupakan bahan anorganik yang dibuat dengan proses teknologi serbuk yang dipanaskan.

Dalam bidang biomaterial keramik sering digunakan untuk membuat implant [1]. Untuk memperoleh nilai kerapatan yang tinggi pada proses pembuatan keramik perlu diperhatikan laju pertumbuhan butir. Salah satu

cara mengatasi pertumbuhan butir yang abnormal adalah dengan menggunakan aditif. Ada dua jenis keramik yaitu keramik teknik dan keramik tradisional. Keramik teknik adalah keramik berbahan utama oksida-oksida logam, contohnya zirkonia (ZrO_2), magnesium oksida (MgO), dan alumina (Al_2O_3). Keramik tradisional adalah keramik berbahan utama dari alam, seperti kuarsa, tanah liat dan kaolin [2].

Biomaterial merupakan bahan sintetik yang berfungsi untuk menggantikan bagian dari sistem kehidupan melalui interaksi langsung dengan jaringan hidup [3]. Salah satu contoh biomaterial ialah hidroksiapatit (HA). HA adalah komponen utama mineral tulang dengan rumus kimia $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$. HA merupakan salah satu senyawa kalsium fosfat yang digunakan dalam bidang biomaterial, karena HA memiliki sifat yang stabil secara kimia dibanding dengan material polimer dan logam [4]. HA merupakan biokeramik yang memiliki sifat biokompatibilitas yang baik. HA sangat ideal digunakan untuk kandidat implant tulang, karena rasio kalsium dan fosfor yang menyerupai tulang alami [5]. Dari kelebihan yang dimiliki HA, ada beberapa kelemahan seperti, sifat rapuh, porositas yang tinggi sehingga menyebabkan kuat tekan yang rendah [6]. Untuk mengatasi sifat rapuh pada HA, maka perlu dilakukan proses penguatan dengan mengkompositkan dengan biokeramik lainnya.

Silika merupakan paduan hasil dari polimerisasi asam silikat, yang tersusun dari rantai satuan tetrahedral dengan formula umum SiO_2 . Beberapa senyawa silika ditemukan di alam, seperti glas, pasir, kuarsa, dan lainnya [7]. Belakangan ini silika dan kalsium dalam bentuk nanokomposit sering dijadikan kandidat bahan bioaktif yang diaplikasikan untuk perbaikan jaringan tulang, pengaplikasian pada industri digunakan untuk produksi *pigmen*, *pharmaceutical*, keramik dan katalis [8].

Temperatur sintering yang tinggi berpotensi mempengaruhi perubahan fasa pada HA dan pertumbuhan butir yang menyebabkan penurunan sifat mekanik. Temperatur sintering dapat disesuaikan dengan mengontrol ukuran serbuk, di mana semakin kecil ukuran serbuk maka temperatur sintering yang dibutuhkan juga semakin rendah dalam membuat *sintered body* [5]. Sifat mekanik sangat dipengaruhi oleh melting point material yang digunakan. Dapat dibuktikan pada hasil uji *compressive strength* HA/Silika pada rasio 82:18 dengan nilai 73,93 MPa [9].

Dari kajian beberapa literatur yang disebutkan di atas, maka untuk meningkatkan kekuatan HA perlu dilakukan penambahan fasa baru yang menjadi bagian dari *sintered body* HA. Pada studi ini serbuk HA dikompositkan dengan serbuk silika dan sekaligus mengoptimalkan temperatur sinteringnya, sehingga berpotensi untuk meningkatkan kekuatannya.

2. Metode Penelitian

2.1 Material

Material utama yang digunakan adalah biokeramik hidroksiapatit (HA) dan Silika (SiO_2) yang diperoleh dari Taian Biotechnology-shaanxi Co., Ltd. China. Material binder digunakan polyvinyl alcohol (PVA) berbentuk cair yang diperoleh dari UD. Jaya Kimia., Indonesia. Material pengencer PVA digunakan Ethanol yang diperoleh dari Simi Indo Teknis., Indonesia. Air murni digunakan untuk semua proses eksperimen, yang diperoleh dari PT. Brataco., Indonesia.

2.2 Metode

2.2.1 Karakterisasi serbuk HA dan silika

Bentuk serbuk HA dan silika dipedomani dari foto SEM yang diperoleh dari Taian Biotechnology-shaanxi Co., Ltd. China. Fasa serbuk HA dan silika dikarakterisasi menggunakan X-ray diffraction (XRD -PANalytical, Type PW3040/60, Netherlands). Difraktometer sinar-X dengan radiasi cupper sebagai anoda ($CuK\alpha$, $\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$, $2\theta = 10-100$) pada 40 kV dan 30 mA. Waktu pemindaian pada langkah tersebut adalah 7,14 detik.

2.2.2 Persiapan Sampel

HA dan silika dilakukan proses mixing kering selama 2 jam dengan rasio HA/silika 60:40 % berat, selanjutnya proses *mixing* basah selama 2 jam dengan penambahan PVA dan alkohol. Proses *mixing* menggunakan *rotary drum* dengan tambahan 10 buah zirconia *ball*. Setelah proses *mixing*, sampel dikeringkan selama 48 jam untuk menghilangkan kandungan alkoholnya. Selanjutnya proses pencetakan untuk menghasilkan *green body* dilakukan dengan metode *uniaxial pressing* dengan tekanan 100 MPa dan ditahan selama 3 menit dengan cetakan stainless steel berdiameter 8 mm. Proses sintering dilakukan bervariasi pada temperatur 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, dan 1400°C, *holding time* 4 jam, *heating rate* 5°C/menit, *cooling rate* 5°C/menit sampai temperatur 300°C.

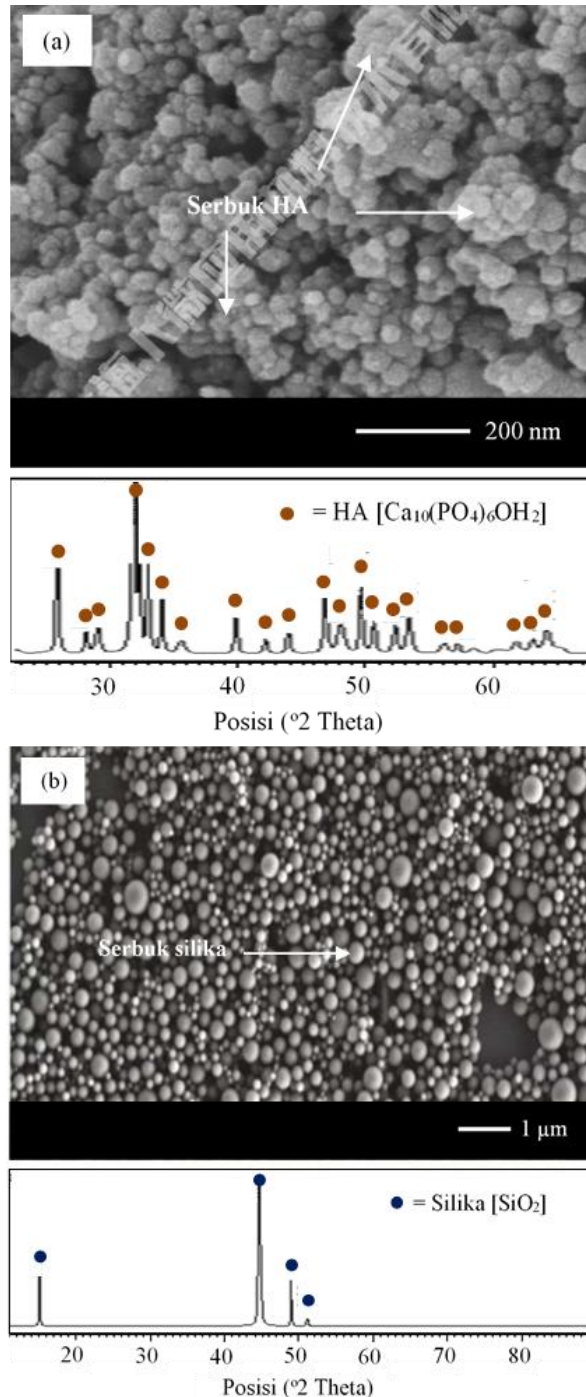
2.2.3 Karakterisasi Sampel

Penyusutan linier dilakukan dengan mengukur perubahan sampel antara *green body* dengan *sintered body*, yang disebut dengan penyusutan diameter dan penyusutan berat. Pengujian *density* mengacu pada teori *Archimedes* dan dilanjutkan menghitung nilai *relative density* dengan membandingkan antara *density actual* dengan teoritis. *Compressive strength* dilakukan untuk mengetahui kekuatan dari komposit HA/silika untuk setiap variasi temperatur sinteringnya.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karakterisasi serbuk HA dan silika

Serbuk HA dan silika dikarakterisasi yang meliputi pengamatan bentuk serbuk dengan menggunakan SEM dan karakterisasi fasa dengan pengujian XRD dan dibandingkan dengan tabulasi data *International Centre Diffraction Data* (ICDD).



Gambar 1. Foto SEM (Taian Biotechnology-shaanxi Co., Ltd. China) dan XRD *peak-analysis* (a) serbuk HA, (b) serbuk silika.

Gambar 1(a) memperlihatkan bentuk dari serbuk HA yang digunakan pada penelitian ini, serbuk berbentuk spherical yang sebagian terlihat adanya aglomerasi.

Pada Gambar juga dapat dilihat bahwa ukuran serbuk HA yang seragam dan kecil dari 200 nm, mirip dengan HA sintetis yang dilaporkan pada penelitian sebelumnya [10–12]. Pada Gambar 1 (a) juga diperlihatkan hasil karakterisasi fasa kristal dari serbuk HA yang dibandingkan dengan ICDD *ref. pattern* 01-074-0566 (Tabel 1). Puncak utama pada HA dengan intensity 100% terdeteksi pada posisi sudut 2θ yaitu 31.79° . Jika dibandingkan dengan puncak utama dengan ICDD *ref. pattern* 01-074-0566 sangat mirip pada posisi sudut 2θ yaitu 31.76° , dan juga mirip dengan HA Sigma Aldrich pada posisi sudut 2θ yaitu 31.66° [13] dan HA lainnya [14–16]. Gambar 1 (b) adalah bentuk dari serbuk silika yang digunakan pada penelitian ini, serbuk silika berbentuk *spherical*. Pada Gambar juga dapat dilihat bahwa ukuran serbuk silika yang seragam dan kecil dari 1 μm , mirip dengan serbuk silika yang dilaporkan pada penelitian sebelumnya [17,18]. Pada Gambar 1 (b) juga diperlihatkan hasil karakterisasi fasa dari serbuk silika yang dibandingkan dengan ICDD *ref. pattern* 00-047-1301 (Tabel 1). Puncak utama pada silika dengan intensity 100% terdeteksi pada posisi sudut 2θ yaitu 44.63° . Jika dibandingkan dengan puncak utama dengan ICDD *ref. pattern* 00-047-1301 mendekati sama pada posisi sudut 2θ yaitu 47.37° .

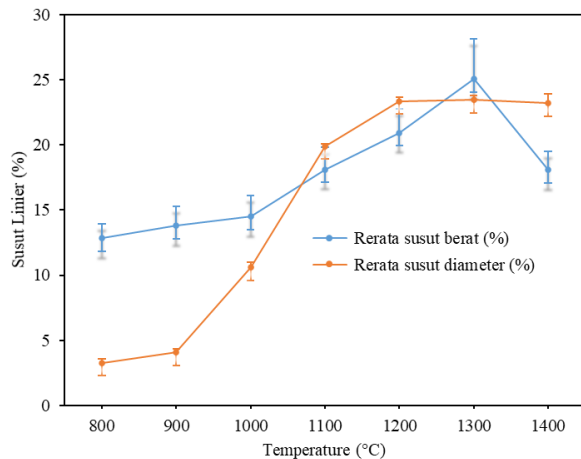
Tabel 1. Analisa hasil XRD, puncak utama pada serbuk HA dan silika

Material	Intensity (%)	2θ	Source
Serbuk HA	100	31.79	<i>Present study</i>
HA <i>ref. of ICDD</i>	100	31.76	<i>Ref. pattern 01-074-0566</i>
Serbuk Silika	100	44.63	<i>Present study</i>
Silika <i>ref. of ICDD</i>	100	47.37	<i>Ref. pattern 00-047-1301</i>

3.2 Peyusutan Linier

Pengujian penyusutan linier dilakukan untuk dua data yaitu penyusutan berat and penyusutan diameter. Komposit HA/silika ditimbang berat dan diukur diameternya sebelum dan sesudah proses sintering, kemudian nilai sebelum dan sesudah sintering dibagi dan kalikan seratus persen. Hasil penyusutan linier dapat dilihat pada Gambar 2, dimana memperlihatkan bahwa temperatur sintering sangat mempengaruhi terjadinya penyusutan berat pada komposit HA/silika. Temperatur sintering 800°C dengan nilai penyusutan berat 12,83% meningkat tidak signifikan hingga temperatur sintering 1000°C dengan nilai 14,54%. Pada temperatur sintering 1000°C sampai 1300°C terjadi peningkatan yang sangat signifikan yaitu mencapai 25,08%. Peningkatan ini diakibatkan oleh hilangnya fasa pada PVA dan *ethanol* saat proses sintering, sejalan dengan hasil studi yang telah dilaporkan sebelumnya [3]. Hilangnya kandungan air pada HA dan silika juga merupakan penyebab peningkatan penyusutan berat, hal ini juga sejalan

dengan studi yang dilaporkan sebelumnya [13]. Sedangkan pada temperatur 1300°C ke 1400°C dengan nilai 18,09% mengalami penurunan secara tidak signifikan, penurunan ini diduga terjadinya oksidasi pada HA dan silika yang dibuktikan terjadinya perubahan warna.



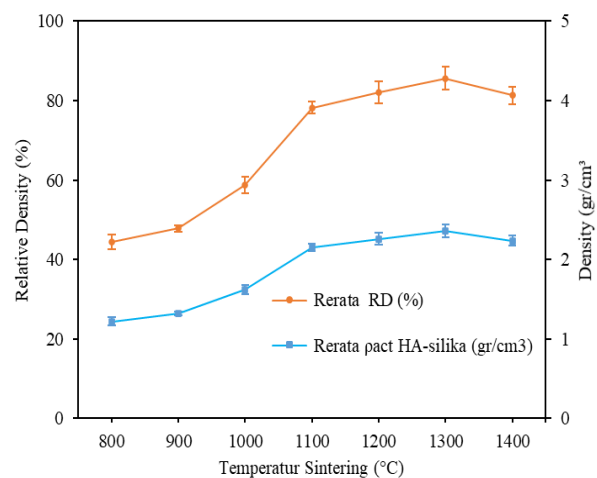
Gambar 2. Pengaruh temperatur sintering terhadap nilai penyusutan linier

Gambar 2, juga memperlihatkan hasil pengujian susut diameter. Pada temperatur sintering 800°C dengan nilai 3,26%, temperatur 1100°C dengan nilai 19,92% terjadi mengalami kenaikan secara signifikan. Sedangkan dari temperatur sintering 1100°C sampai 1400°C dengan nilai 23,21% mengalami kenaikan yang tidak signifikan. Diperoleh hasil susut diameter tertinggi pada temperatur sintering 1300°C dengan nilai 23,49%, dan nilai terendah terdapat pada temperatur sintering 800°C dengan nilai 3,26%. Penelitian sebelumnya juga sudah melaporkan bahwa susut diameter terjadi karena semakin padatnya *sintered body* yang juga sejalan dengan data *relative density*. Peningkatan persentase susut diameter disebabkan oleh mengecilnya pori-pori seiring dengan peningkatan temperatur sintering [5].

3.3 Density dan Relative Density

Pengujian *density* sampel dilakukan dengan metode *Archimedes* pada sampel uji dalam keadaan berat kering dan berat dalam air. Gambar 3, menunjukkan nilai hasil dari pengujian *density* dan *relative density* dengan variasi temperatur yang berbeda dari masing-masing sampel dengan rasio HA/silika 60:40 % berat. Dapat dilihat peningkatan secara signifikan nilai *density* dari temperatur sintering 800°C dengan nilai 1,22 gr/cm³ sampai dengan temperatur 1300°C dengan nilai 2,35 gr/cm³, tetapi pada temperatur sintering 1300°C ke 1400°C dengan nilai 2,23 gr/cm³ terjadi penurunan yang diakibatkan terjadinya oksidasi pada HA/silika. Gambar 3 juga menampilkan hasil uji *relative density* yang mengalami kenaikan seiring dengan naiknya temperatur sintering. Pada temperatur sintering 800°C sampai dengan temperatur 1100°C mengalami kenaikan nilai yang signifikan.

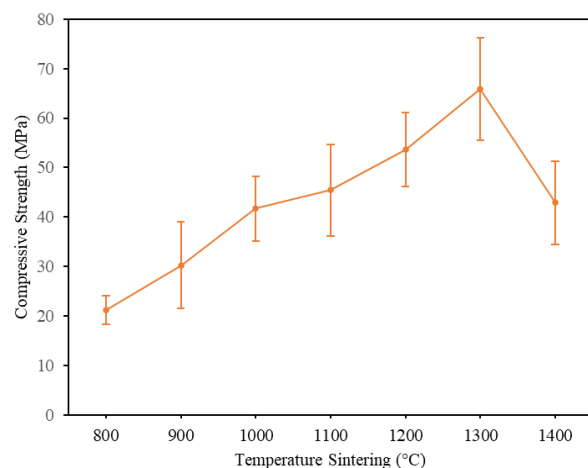
Pada temperatur 1100°C ke temperatur 1300°C mengalami kenaikan, namun tidak signifikan. Pada temperatur sintering 1300°C ke temperatur 1400°C mengalami penurunan nilai yang tidak signifikan. Nilai uji *relative density* terendah terdapat pada temperatur 800°C yaitu 44,4% dan nilai tertinggi uji *relative density* terdapat pada temperatur 1300°C yaitu 85,6%. *Relative density* meningkat karena semakin padatnya *sintered body* yang juga sejalan dengan data penyusutan diameter. Pada penelitian sebelumnya juga melaporkan bahwa sifat produk akan dipengaruhi oleh ukuran partikel [19–22]. Kualitas *sintered body* ini sangat dipengaruhi oleh data *relative density*, jika nilai *relative density* tinggi maka nilai *compressive strength* juga akan tinggi [3,23–25].



Gambar 3. Pengaruh temperatur sintering terhadap nilai *Density* dan *Relative Density*

3.4 Compressive Strength

Gambar 4 adalah hasil pengujian *compressive strength* dengan variasi temperatur sintering.



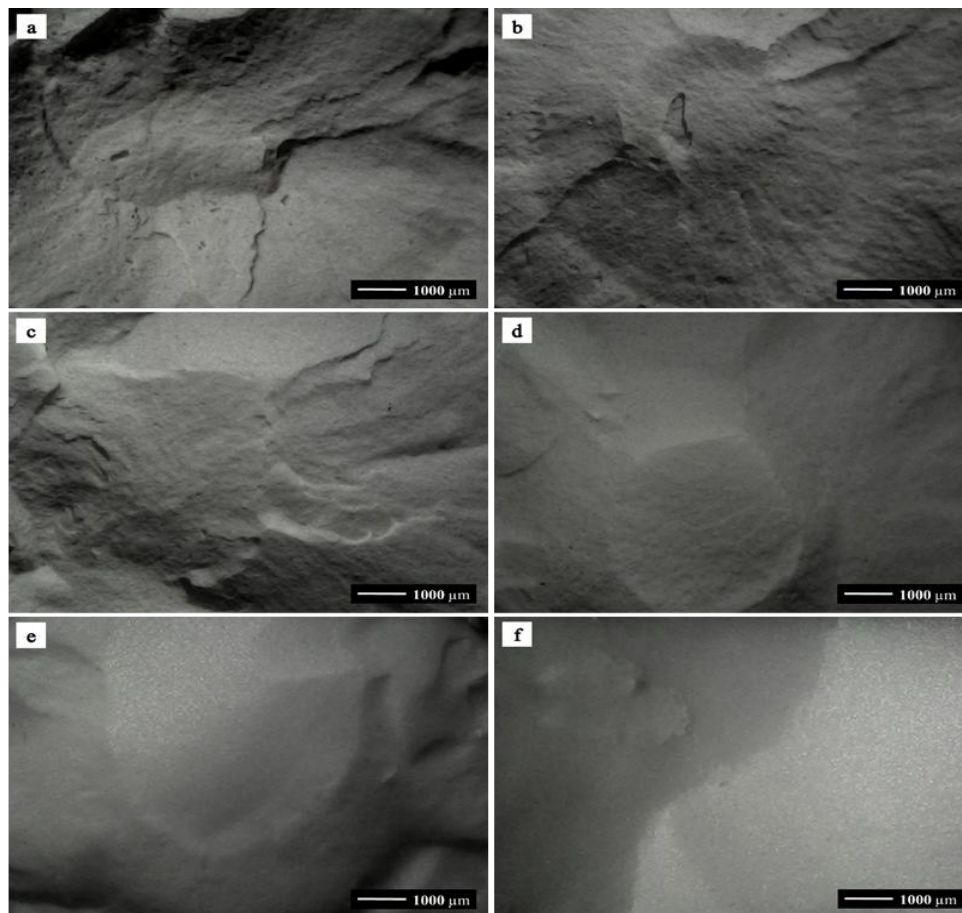
Gambar 4. Pengaruh temperatur sintering terhadap nilai *compressive strength*

Gambar 4, menunjukkan bahwa pada temperatur sintering 800°C memiliki nilai *compressive strength* 21,2 MPa, nilai ini naik sampai dengan temperatur

1000°C dengan nilai 41,7 MPa. Pada temperatur sintering 1000°C sampai dengan temperatur 1300°C mengalami kenaikan nilai 65,9 MPa, hal ini naik secara signifikan. Sedangkan pada temperatur sintering 1400°C nilai *compressive strength* turun menjadi 42,9 MPa. Nilai *compressive strength* terendah didapat pada temperatur sintering 800°C dengan nilai 21,2 MPa, dan *compressive strength*

tertinggi didapat pada temperatur sintering 1300°C dengan nilai 65,9 MPa. Nilai uji *compressive strength* ini juga didukung oleh data uji penyusutan linier, uji *density*, dan *relative density*. Pada studi sebelumnya juga telah dilaporkan bahwa nilai *density* dan *relative density* yang tinggi sangat berpengaruh pada tingkat kekuatan, terutama pada nilai *compressive strength* yang meningkat[9].

3.5 Struktur Mikro



Gambar 5. Hasil pengamatan struktur mikro permukaan sampel *sintered body* HA/silika dengan menggunakan *digital microscope*: (a) sampel sintering 800°C, (b) sampel sintering 900°C, (c) sampel sintering 1000°C, (d) sampel sintering 1100°C, (e) sampel sintering 1200°C, dan (f) sampel sintering 1300°C.

Gambar 5 merupakan hasil pengamatan struktur mikro permukaan *sintered body* HA/silika dengan menggunakan *Digital Microscope* (DM). Pengamatan struktur mikro dengan DM tidak memperlihatkan perbedaan yang jelas antar sampel, Namun analisa dapat dilakukan dengan membandingkan dari beberapa hasil penelitian sebelumnya. Dari hasil pengujian tersebut pada setiap variasi temperatur sintering memiliki peningkatan kerapatan yang tidak signifikan. Diduga pada temperatur sintering 800°C memiliki kerapatan yang rendah. Hal ini disebabkan oleh belum terjadinya ikatan butir yang sempurna sehingga memiliki kekuatan yang rendah. Sedangkan pada temperatur sintering 1300°C memiliki kerapatan yang tinggi. Hal ini disebabkan karena sudah terjadinya ikatan butir yang sempurna. Semakin tinggi

kerapatannya maka sampel tersebut semakin kuat. Hal ini juga sama dengan hasil penelitian yang sudah dilaporkan sebelumnya [5].

4. Kesimpulan

Komposit HA/silika dengan rasio 60:40 % berat telah berhasil dibuat dengan metode *pressureless sintering*. Temperatur sintering optimal pada komposit diperoleh pada 1300°C yang didukung dengan nilai *compressive strength* tertinggi yaitu 65,9 MPa dengan *relative density* 85,6%. Hal ini juga didukung bahwa pada temperatur sintering 1300°C terjadi penyusutan diameter tertinggi yaitu 23,49%. Pada temperatur 1400°C diduga terjadi oksidasi atau terbentuknya fasa baru yang dibuktikan dengan terjadinya perubahan

warna pada *sintered body*.

Ucapan Terimakasih

Penghargaan disampaikan kepada Kepala laboratorium Teknik Mesin Institut Teknologi Padang atas dukungan fasilitas. Terimakasih kepada seluruh tim *Ceramic and Biomaterial Research Group* Teknik Mesin ITP atas kerjasama dan dukungan pada penelitian ini.

Daftar Rujukan

- [1] S.M.B. Respati, 2010, Bahan Biomaterial Stainless Steel Dan Keramik, *Momentum*. Vol. 6, pp. 5–8. <https://publikasiilmiah.unwahas.ac.id/index.php/MOMENTUM/article/view/132/125>.
- [2] D. Djuhana, M. Mulyadi, S. Sunardi, 2019, Efek Aditif SiO₂ Terhadap Suhu Sintering Keramik Alumina dan Karakteristiknya, *PISTON: Journal of Technical Engineering*. Vol. 2 pp. 22–26. <https://doi.org/10.32493/pjte.v2i1.3224>.
- [3] A. Indra, R. Firdaus, I.H. Mulyadi, J. Affi, Gunawarman, 2020, Enhancing the physical and mechanical properties of pellet-shaped hydroxyapatite by controlling micron- and nano-sized powder ratios, *Ceramics International*. Vol. 46 pp. 15882–15888. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.03.136>.
- [4] N.S. Wardani, A. Fadli, Irdoni, 2013, Sintesis Hidroksiapatit dari Cangkang Telur dengan Metode Presipitasi, *Journal of the American Chemical Society*. 123 (2013) 2176–2181.
- [5] A. Indra, 2021, Physical and Mechanical Properties of Hydroxyapatite Ceramics With a Mixture of Micron and Nano-Sized Powders: Optimising the Sintering Temperatures, *Ceramics - Silikat*. Vol. 65 pp. 1–9. <https://doi.org/10.13168/cs.2021.0022>.
- [6] J.N. Setiadiputri, 2018, Sintesis dan Karakterisasi Biokomposit Hidroksiapatit-Alginat-Zinc Sebagai Bone graft Untuk Penanganan Bone Defect, *Journal of Chemical Information and Modeling*. Vol. 53 pp. 1689–1699.
- [7] S. Sulastri, S. Kristianingrum, 2010, Berbagai Macam Senyawa Silika: Sintesis, Karakterisasi dan Pemanfaatan, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan Dan Penerapan MIPA*. pp. 211–216.
- [8] S. Silahooy, Analisis Serbuk Silika Amorf (SiO₂) Berbahan Dasar Pasir, *Science Map Journal*. 2 (2020) 75–78.
- [9] R. Hidayat, A. Subardi, A. Indra, 2022, Peningkatan Kekuatan Sintered Body Hidroksiapatit (HA) dengan Penambahan Silika Sebagai Material Penguat, *ReTII*. 2022 pp. 360–366.
- [10] N. Vargas-Becerril, D.A. Sánchez-Téllez, L. Zarazúa-Villalobos, D.M. González-García, M.A. Álvarez-Pérez, C. de León-Escobedo, L. Téllez-Jurado, 2020, Structure of biomimetic apatite grown on hydroxyapatite (HA), *Ceramics International*. Vol. 46 pp. 28806–28813. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.08.044>.
- [11] A. Indra, A.B. Putra, N. Handra, H. Fahmi, Nurzal, Asfarizal, M. Perdana, Anrinal, A. Subardi, J. Affi, Gunawarman, 2022, Behavior of sintered body properties of hydroxyapatite ceramics: effect of uniaxial pressure on green body fabrication, *Materials Today Sustainability*. 17. <https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2021.100100>.
- [12] A. Huang, H. Dai, X. Wu, Z. Zhao, Y. Wu, 2019, Synthesis and characterization of mesoporous hydroxyapatite powder by microemulsion technique, *Journal of Materials Research and Technology*. Vol. 8 pp. 3158–3166. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.02.025>.
- [13] A. Indra, F. Hadi, I.H. Mulyadi, J. Affi, Gunawarman, 2021, A novel fabrication procedure for producing high strength hydroxyapatite ceramic scaffolds with high porosity, *Ceramics International*. Vol. 47 pp. 26991–27001. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.06.112>.
- [14] A.S. Hammood, S.S. Hassan, M.T. Alkhafagy, H.L. Jaber, 2019, Effect of calcination temperature on characterization of natural hydroxyapatite prepared from carp fish bones, *SN Applied Sciences*. Vol. 1. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0396-5>.
- [15] S.M. Londoño-Restrepo, B.M. Millán-Malo, A. del Real-López, M.E. Rodríguez-García, 2019, In situ study of hydroxyapatite from cattle during a controlled calcination process using HT-XRD, *Materials Science and Engineering C*. 105, 110020. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110020>.
- [16] K.C. Vinoth Kumar, T. Jani Subha, K.G. Ahila, B. Ravindran, S.W. Chang, A.H. Mahmoud, O.B. Mohammed, M.A. Rathi, 2021, Spectral characterization of hydroxyapatite extracted from Black Sumatra and Fighting cock bone samples: A comparative analysis, *Saudi Journal of Biological Sciences*. Vol. 28 pp. 840–846. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2020.11.020>.
- [17] F. Tikhani, M. Jouyandeh, S.H. Jafari, S. Chabokrow, M. Ghahari, K. Gharanjig, F. Klein, N. Hampp, M.R. Ganjali, K. Formela, M.R. Saeb, 2019, Cure Index demonstrates curing of epoxy composites containing silica nanoparticles of variable morphology and porosity, *Progress in Organic Coatings*. Vol. 135 pp. 176–184. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2019.05.017>.
- [18] Y. Zhang, Q. Yue, M.M. Zagho, J. Zhang, A.A. Elzatahry, Y. Jiang, Y. Deng, 2019, Core-Shell Magnetic Mesoporous Silica Microspheres with Large Mesopores for Enzyme Immobilization in Biocatalysis, *ACS Applied Materials and Interfaces*. Vol. 11 pp. 10356–10363. <https://doi.org/10.1021/acsami.8b18721>.
- [19] H. Xing, B. Zou, X. Liu, X. Wang, Q. Chen, X. Fu, Y. Li, 2020, Effect of particle size distribution on the preparation of ZTA ceramic paste applying for stereolithography 3D printing, *Powder Technology*. Vol. 359 pp. 314–322. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.09.066>.
- [20] D. Sofia, D. Barletta, M. Poletto, 2018, Laser sintering process of ceramic powders: The effect of particle size on the mechanical properties of sintered layers, *Additive Manufacturing*. Vol. 23 pp. 215–224. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.08.012>.
- [21] H. Wu, Y. Cheng, W. Liu, R. He, M. Zhou, S. Wu, X. Song, Y. Chen, 2016, Effect of the particle size and the debinding process on the density of alumina ceramics fabricated by 3D printing based on stereolithography, *Ceramics International*. Vol. 42 pp. 17290–17294. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.08.024>.
- [22] C. Sun, X. Tian, L. Wang, Y. Liu, C.M. Wirth, J. Günster, D. Li, Z. Jin, 2017, Effect of particle size gradation on the performance of glass-ceramic 3D printing process, *Ceramics International*. Vol. 43 pp. 578–584. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.09.197>.

- [23] F. Niu, D. Wu, F. Lu, G. Liu, G. Ma, Z. Jia, 2018, Microstructure and macro properties of Al₂O₃ ceramics prepared by laser engineered net shaping, *Ceramics International*. Vol. 44 pp. 14303–14310. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.036>.
- [24] J. Ding, Q. Liu, B. Zhang, F. Ye, Y. Gao, 2020, Preparation and characterization of hollow glass microsphere ceramics and silica aerogel/hollow glass microsphere ceramics having low density and low thermal conductivity, *Journal of Alloys and Compounds*. 831 pp. 154737. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154737>.
- [25] M. Weiß, P. Sälzler, N. Willenbacher, E. Koos, 2020, 3D-Printed lightweight ceramics using capillary suspensions with incorporated nanoparticles, *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 40 pp. 3140–3147. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.02.055>.
-