

BAB 4

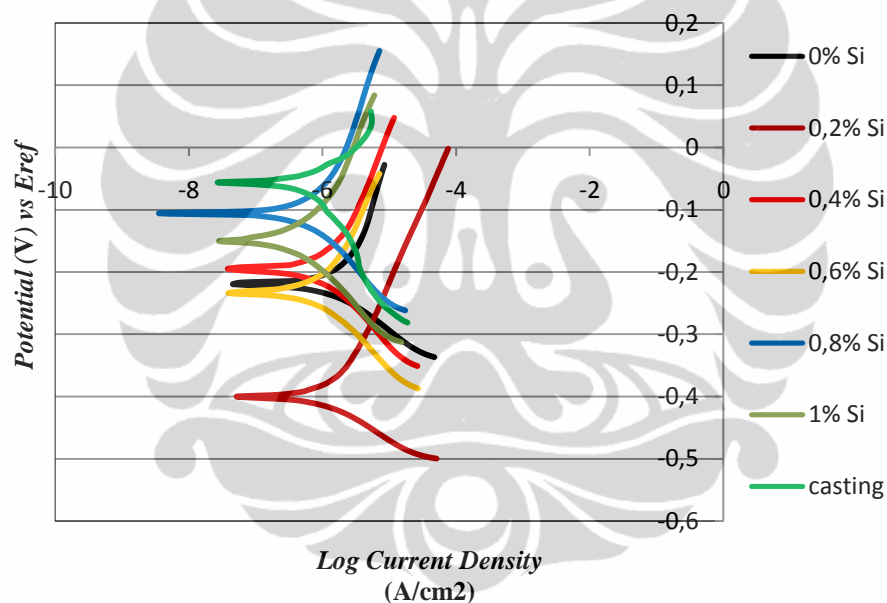
HASIL DAN ANALISA

4.1 Hasil Pengujian Polarisasi Potensiodinamik

4.1.1 Data Laju Korosi (*Corrosion Rate*)

Pengujian polarisasi potensiodinamik dilakukan berdasarkan analisa tafel dan memperlihatkan bahwa spesimen paduan kobalt ASTM F 75 hasil metalurgi serbuk dengan variasi kandungan silikon yang berbeda memiliki potensial dan *current limit* yang berbeda sehingga akan mempengaruhi laju korosinya.

Pada pengujian, digunakan rentang -0,25 V hingga 0,25 V terhadap potensial korosi (E_{corr}) dan scanrate 3 mV/detik. Pengujian ini menggunakan perangkat lunak CMS (*Corrosion Measurement System*) 100.



Gambar 4.1 Kurva Polarisasi Potensiodinamik dengan Variasi Kandungan Silikon Hasil Metalurgi Serbuk dan Casting Paduan Kobalt ASTM F 75

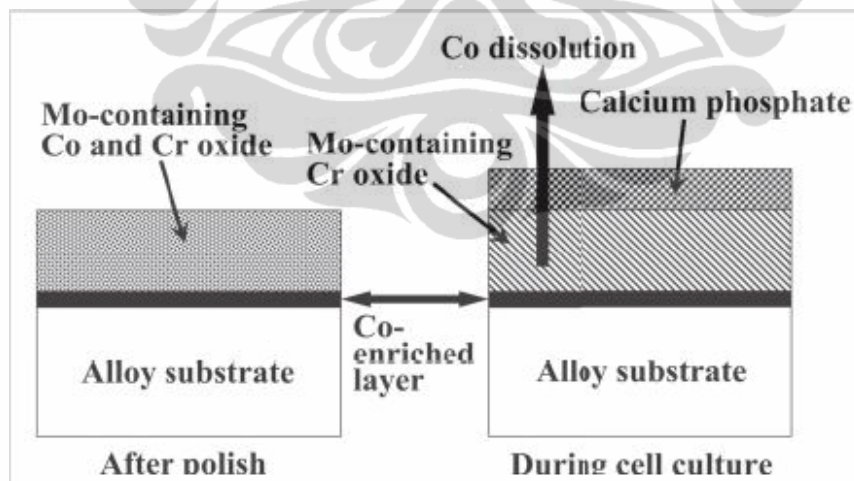
Gambar 4.1 menunjukkan bahwa material uji paduan kobalt ASTM F 75 mulai sangat reaktif dengan cara bereaksi terhadap ion-ion pembentuk larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP), melapisi permukaannya dengan lapisan-lapisan mineral. Kondisi ini terjadi saat material mengalami korosi pada potensial (E_{corr}) dengan rapat arus tertentu (i_{corr}).

Pada kurva daerah potensial reaksi katodik, terjadi reaksi berupa reduksi oksigen dan reduksi ion logam pembentuk paduan. Reduksi oksigen terjadi karena pH larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP) yang bersifat basa (7,4). Pada kurva daerah potensial reaksi anodik, dimulai dari potensial korosi (E_{corr}) terjadi reaksi

oksidasi yang cukup reaktif, ditandai dengan kurva polarisasi yang landai atau pergeseran densitas arus yang semakin membesar.

Pada potensial di atas potensial korosi ditandai dengan perpotongan garis ekstrapolasi anodik, kurva mulai menunjukkan gejala linear hingga bergerak naik relatif tegak lurus dalam daerah potensial 50 mV sampai 250 mV di atas potensial korosinya³⁵. Pada densitas arus dimana kurva relatif tegak lurus, mulai terbentuk lapisan pasif yang intensitasnya semakin tinggi seiring kenaikan potensial. Lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan spesimen terdiri dari oksida kobalt, khromium dan molibdenum dengan ketebalan sekitar 2,5 nm²⁴.

Dari kurva polarisasi yang diperoleh, tidak nampak adanya kondisi *trans-passive* sebagai indikasi terjadinya korosi lokal¹⁷. Konduktifitas NaCl ikut mempercepat migrasi elektrolit-elektrolit sehingga mempercepat proses elektrokimia korosi. Konsentrasi oksigen yang terlarut berkurang bila konsentrasi NaCl bertambah. Hal ini mengakibatkan bertambah cepatnya reaksi yang melibatkan ion Cl⁻ dan ion Na⁺ pada permukaan memperkuat sifat penghantar listrik, sehingga terjadi kecepatan reaksi menjadi lebih cepat. Konsentrasi NaCl dalam Artificial Blood Plasma sebesar 8,036 g/L dengan pH 7,4 dan temperatur 37 °C tidak memicu terjadinya korosi lokal dalam rentang potensial pengujian yang digunakan. Dalam penelitian tahun 2007, diperoleh potensial *pitting* (E_{pitt}) sebesar 0,650 V untuk paduan kobalt ASTM F 75 hasil *casting* dan *forging* dalam larutan Hank¹⁷. Sedangkan pada tahun 2008, diperoleh hasil E_{pitt} sebesar 0,697-0,738 V³⁶ untuk paduan kobalt-khromium-molibdenum dalam larutan 3% NaCl.



Gambar 4.2 Ilustrasi Skematik dari Rekonstruksi Lapisan Oksida pada Permukaan Paduan Kobalt-Khromium-Molibdenum²⁴

Menghitung laju korosi dari data ekstrapolasi tafel masing-masing spesimen dengan persamaan 2.9 berikut ini,

$$\text{Corrosion Rate (CR)} = \frac{K_1 i_{corr} EW}{\rho}$$

dimana : CR = laju korosi (mpy)

$$K_1 = 0,1288 \text{ (mpy g/}\mu\text{A cm)}$$

i_{corr} = rapat arus saat E_{corr} ($\mu\text{A/cm}^2$)

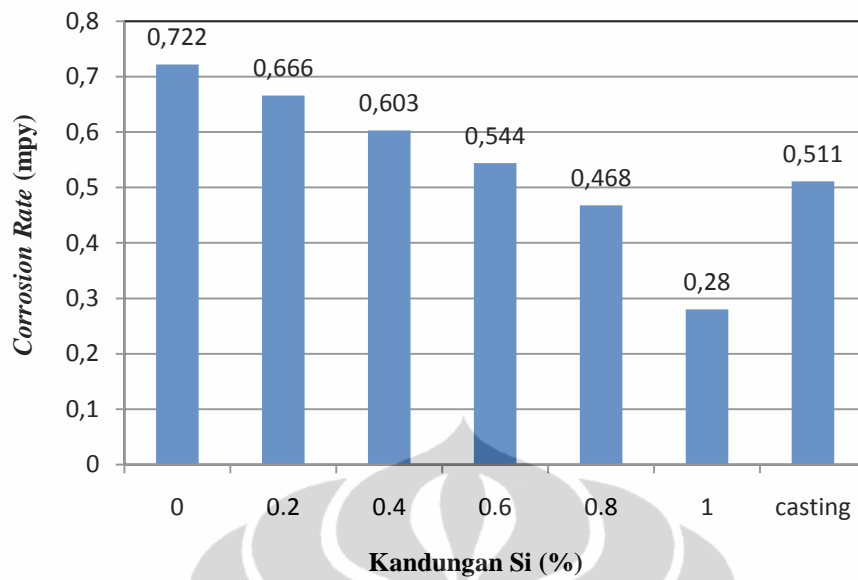
EW = berat ekuivalen

$$\rho = \text{massa jenis/densitas (g/cm}^3\text{)}$$

Tabel 4.1 Pengaruh Kandungan Si terhadap Laju Korosi pada Paduan Kobalt Hasil Metalurgi Serbuk

	Sp. 1	Sp. 2	Sp. 3	Sp. 4	Sp. 5	Sp. 6	Sp. 7
% Si	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1	Casting
i_{corr} (A/cm^2)	1,838 $\times 10^{-6}$	1,703 $\times 10^{-6}$	1,550 $\times 10^{-6}$	1,406 $\times 10^{-6}$	1,217 $\times 10^{-6}$	7,317 $\times 10^{-7}$	1,345 $\times 10^{-6}$
ρ (g/cm^3)	8,005	8,005	8,005	8,005	8,005	8,005	8,28
EW	24,44	24,32	24,19	24,06	23,93	23,82	24,44
<i>Corrosion Rate</i> (mpy)	0,722	0,666	0,603	0,544	0,468	0,280	0,511

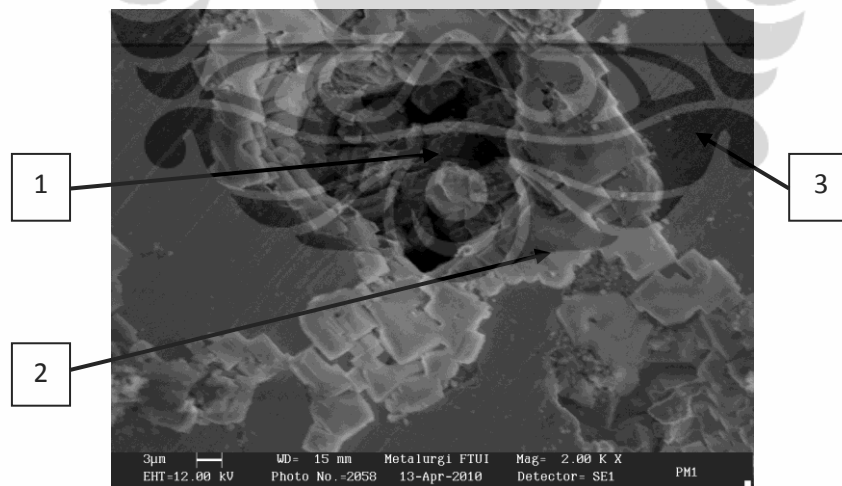
Dari hasil pengujian, didapatkan adanya perbedaan laju korosi pada spesimen hasil metalurgi serbuk dengan perbedaan kandungan silikon. Peningkatan kandungan Si mulai dari 0 - 1% pada spesimen hasil metalurgi serbuk, secara berturut-turut menunjukkan penurunan laju korosi setelah melalui uji polarisasi potensiodinamik dalam larutan *Artificial Blood Plasma (ABP)*. Larutan memiliki pH 7,4 dan temperatur 37^0 C yang dipertahankan konstan selama pengujian dengan menggunakan *hot plate*.



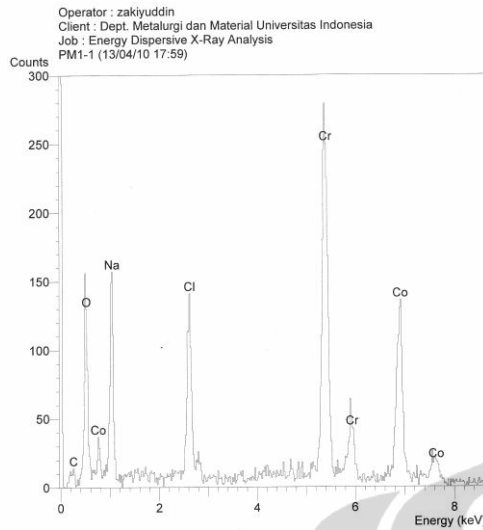
Gambar 4.3 Kurva Pengaruh Kandungan Silikon terhadap Laju Korosi Paduan Kobalt ASTM F 75 Hasil Metalurgi Serbuk

4.1.2 Foto Pola Permukaan (SEM) dan Analisa Produk Korosi (EDX)

Hasil pengamatan pola permukaan dengan SEM dan analisa elemen produk permukaan dengan EDX dari spesimen setelah pengujian polarisasi potensiodinamik :



Gambar 4.4 Hasil Pengamatan SEM untuk Spesimen no. 1 (0% Si) Setelah Uji Polarisasi



SEMQuant results. Listed at 18:04:10 on 13/04/10
 Operator: zakiyuddin
 Client: Dept. Metalurgi dan Material Universitas Indonesia
 Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
 Spectrum label: PM1-1

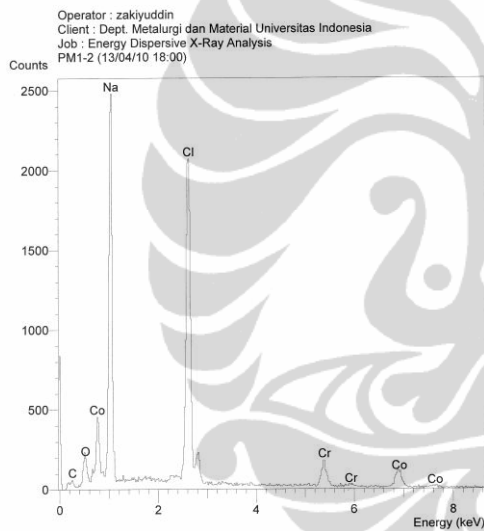
System resolution = 61 eV
 Quantitative method: ZAF (3 iterations).
 Analysed all elements and normalised results.
 1 peak possibly omitted: -0.02 keV

Standards :
 C K Carbon Low 13/09/06
 O K AL2O3 17/11/09
 Na K Orthoclase 22/03/06
 Si K Low Carbon Steel 13/09/06
 S K FeS2 22/03/06
 Cl K KCl 15/02/94
 Cr K Chromium 22/03/06
 Co K Cobalt 22/03/06

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	0.72	2.61
O K	ED	2.85	7.75
Na K	ED	8.21	15.57
Si K	ED	0.00*	-0.01*
S K	ED	0.08*	0.11*
Cl K	ED	11.61	14.27
Cr K	ED	31.16	26.13
Co K	ED	45.38	33.57
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Titik 1



SEMQuant results. Listed at 18:01:39 on 13/04/10
 Operator: zakiyuddin
 Client: Dept. Metalurgi dan Material Universitas Indonesia
 Job: Energy Dispersive X-Ray Analysis
 Spectrum label: PM1-2

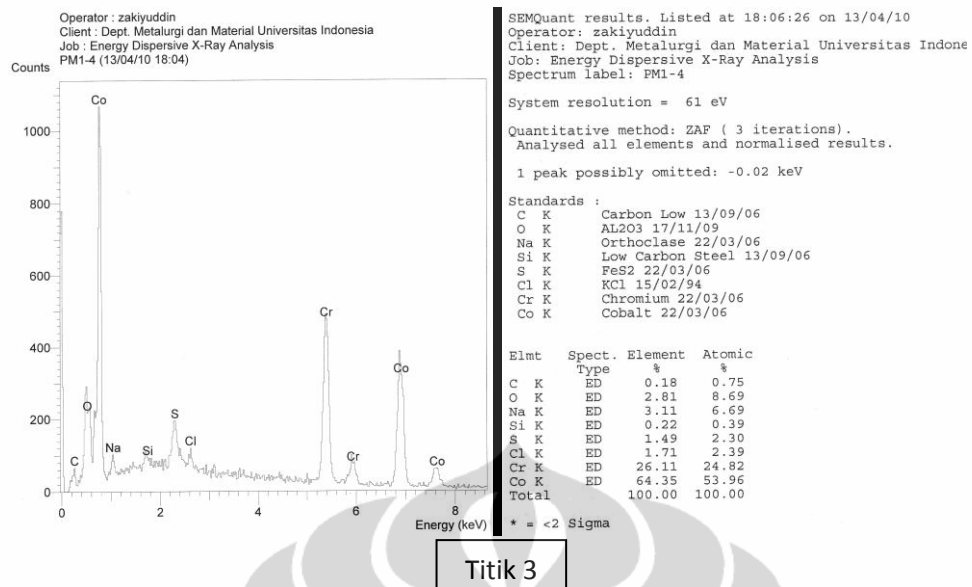
System resolution = 60 eV
 Quantitative method: ZAF (3 iterations).
 Analysed all elements and normalised results.
 1 peak possibly omitted: -0.02 keV

Standards :
 C K Carbon Low 13/09/06
 O K AL2O3 17/11/09
 Na K Orthoclase 22/03/06
 Cl K KCl 15/02/94
 Cr K Chromium 22/03/06
 Co K Cobalt 22/03/06

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
C K	ED	0.84	2.24
O K	ED	2.93	5.82
Na K	ED	23.44	32.47
Cl K	ED	55.14	49.52
Cr K	ED	5.64	3.46
Co K	ED	12.01	6.49
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

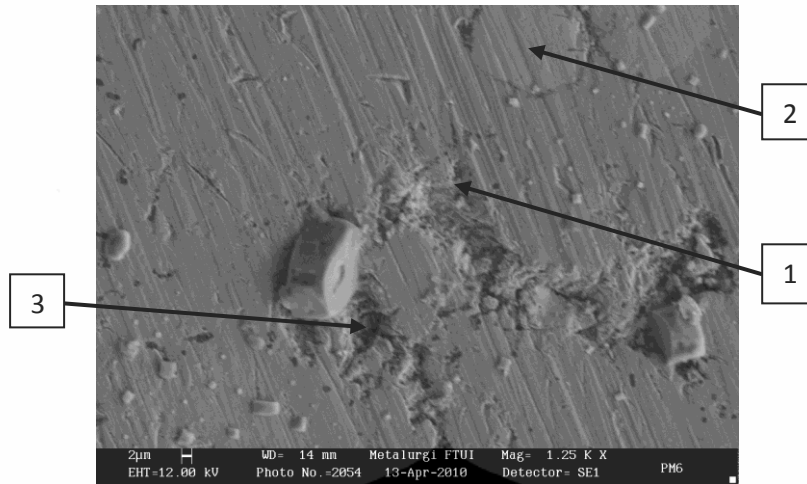
Titik 2



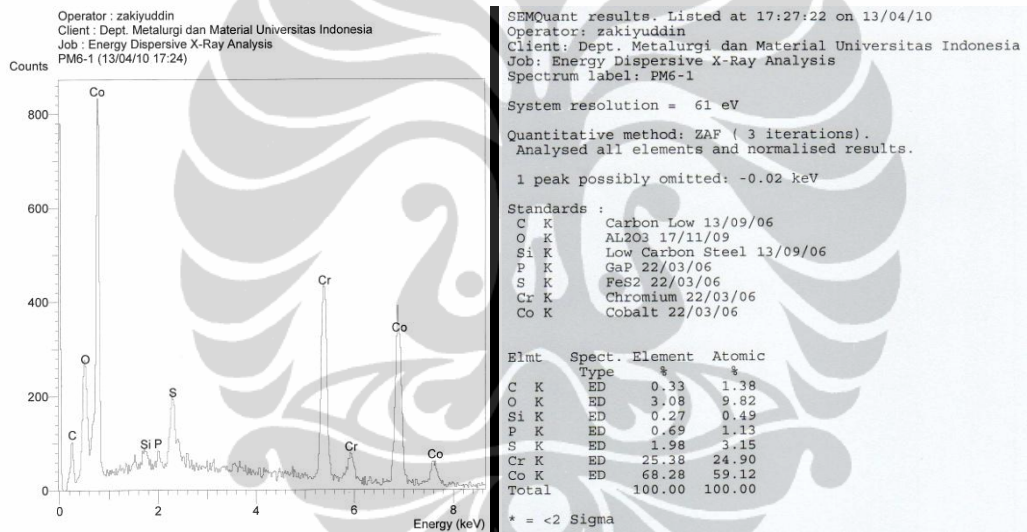
Gambar 4.5 Hasil Analisa Komposisi Elemen Kimia Permukaan dengan EDX pada Spesimen no. 1 (0% Si)

Dengan perbesaran 2000X, tampak morfologi pada permukaan spesimen nomor 1 yang menunjukkan porositas yang cukup besar dengan jarak yang dekat antara satu lubang pori dengan yang lain (gambar 4.4). Adanya konsentrasi pelekatan deposit unsur Na dan Cl berupa lapisan putih disekitar lubang pori (titik 2) dan adanya unsur lain (titik 1, 2 dan 3) menunjukkan adanya reaksi elektrokimia material terhadap larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP). Perbedaan konsentrasi oksigen yang tidak terlalu besar pada permukaan titik 1, 2 maupun pada 3 (berkisar 2,81-2,93 % *element*) mengindikasikan tidak terjadi adanya serangan ion agresif Cl^- yang mengakibatkan korosi lokal sumuran (*pitting*).

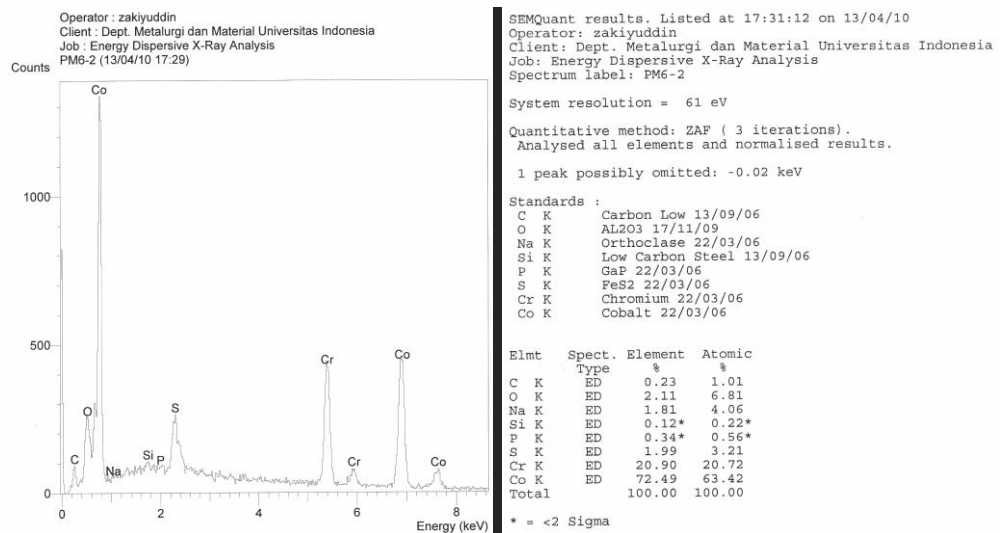
Material yang *porous* digunakan sebagai *prosthetic devices* untuk mempermudah perlekatan terhadap tumbuhnya jaringan lunak (otot dan daging) maupun jaringan keras (tulang). Permukaan yang *porous* meningkatkan *mechanical interlocking* antara biomaterial implan dan jaringan alami di sekitarnya, mendukung stabilitas mekanik yang lebih baik pada *critical interface*³⁷. Dengan adanya porositas pada spesimen hasil metalurgi serbuk, dapat diperoleh modulus elastisitas yang lebih rendah³⁸. Tapi, banyak dan besarnya *void* membuat-nya menjadi lemah terhadap degradasi dari lingkungan berupa *Artificial Blood Plasma* (ABP).



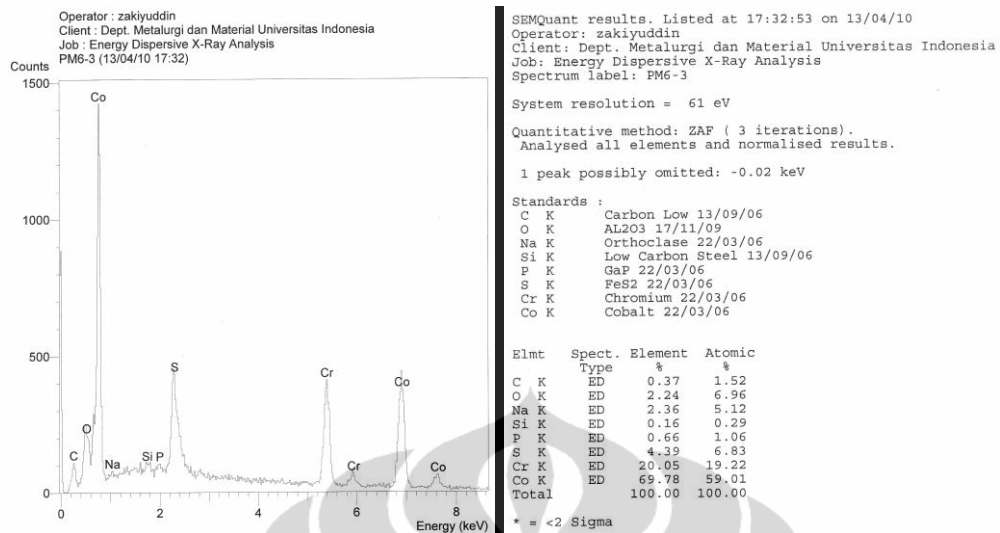
Gambar 4.6 Hasil Pengamatan SEM untuk Spesimen no. 6 (1% Si) Setelah Uji Polarisasi



Titik 1



Titik 2

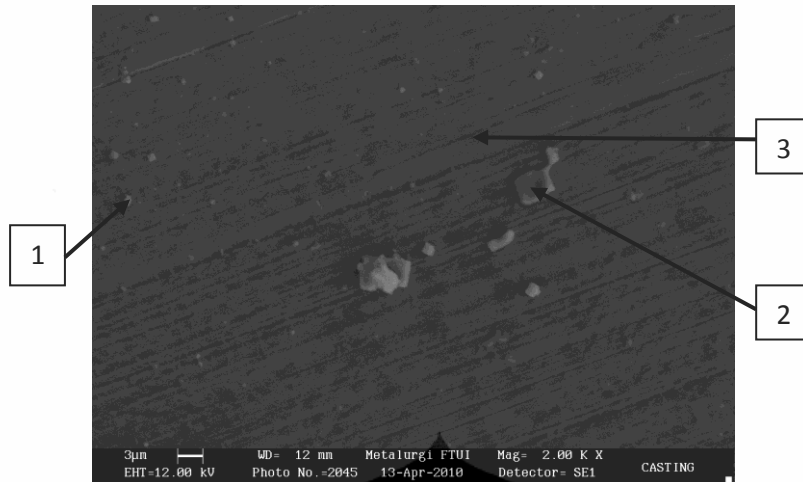


Titik 3

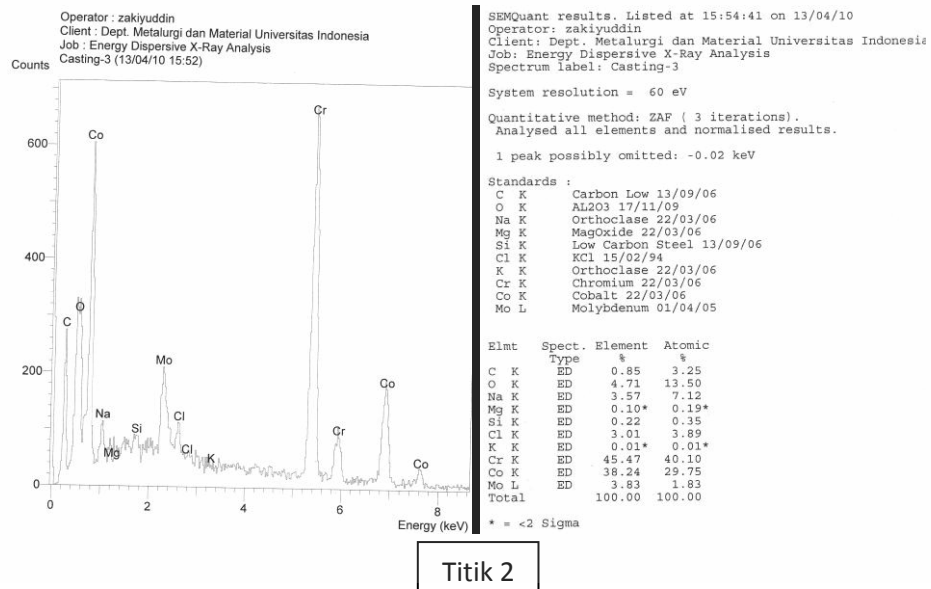
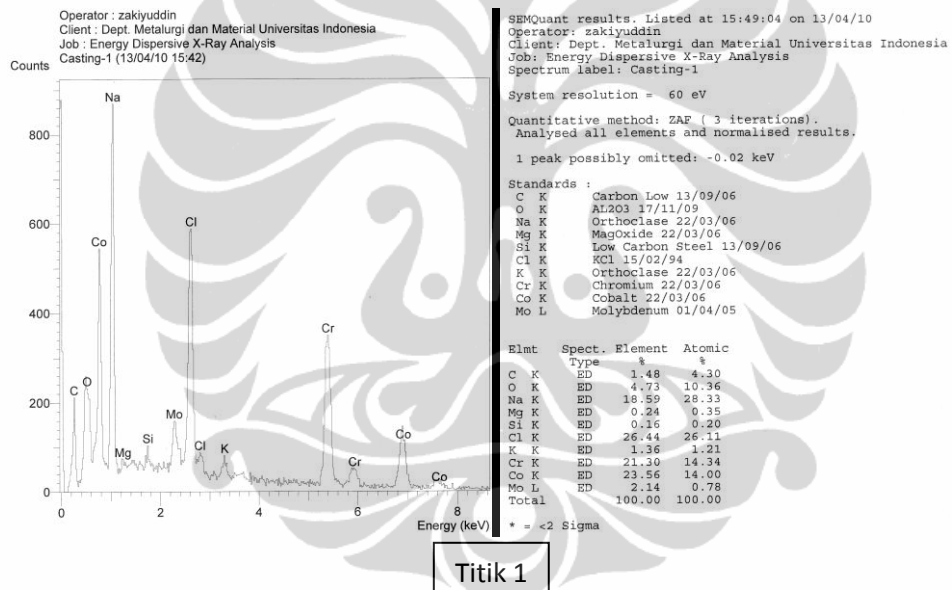
Gambar 4.7 Hasil Analisa Komposisi Elemen Kimia Permukaan dengan EDX pada Spesimen no. 6 (1% Si)

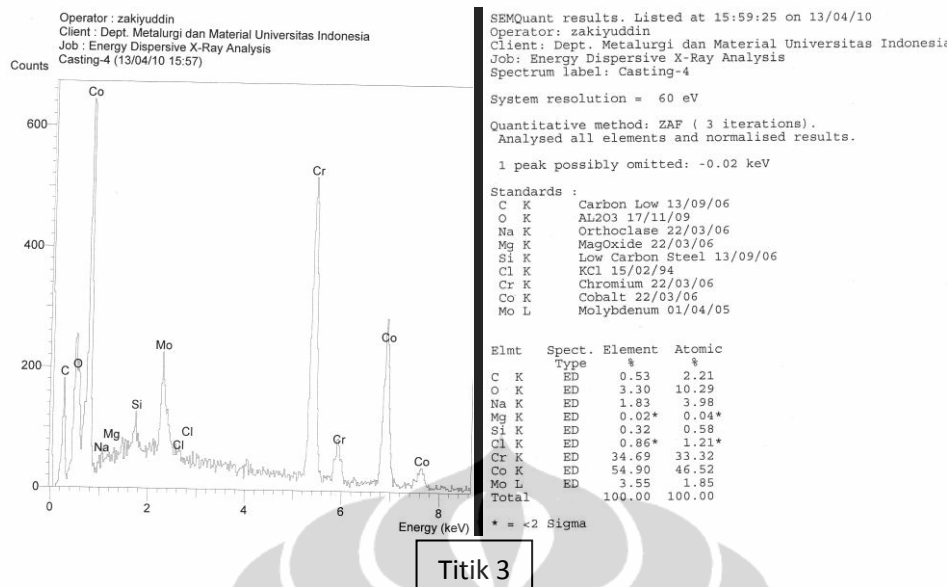
Pada gambar 4.7 terlihat adanya porositas yang lebih sedikit dalam jumlah bentuk dan penyebarannya. Dengan perbesaran 1250X, tampak bahwa deposit elemen unsur yang ada pada *Artificial Blood Plasma* terdistribusi lebih merata pada permukaan (titik 1, 2 dan 3). Warna yang tampil juga hampir seragam, cenderung kelabu. Hal ini disebabkan adanya tegangan permukaan dalam larutan *Artificial Blood Plasma*. Permukaan dengan porositas lebih kecil (dibanding spesimen nomor 1) membuat lapisan pasif yang terbentuk menjadi lebih halus. Semakin sempurna terbentuknya lapisan pasif, maka akan membatasi terjadinya korosi yang mengakibatkan laju korosi akan semakin rendah. Porositas yang besar dan morfologi permukaan yang kasar memperbesar gaya gesek dengan cairan tubuh sehingga peluang untuk lapisan oksida ini lepas semakin besar.

Penambahan kandungan silikon yang bervariasi pada spesimen uji, mulai dari 0 – 1% membuat material paduan kobalt ASTM F 75 ini secara signifikan menjadi lebih *solid* dengan mengurangi besar dan banyaknya porositas². Besar dan banyaknya porositas mempengaruhi luas permukaan (mikro) spesimen yang semakin besar, memperkecil densitas (massa jenis) dan pada akhirnya meningkatkan nilai laju korosi.



Gambar 4.8 Hasil Pengamatan SEM untuk Spesimen no. 7 (*casting*) Setelah Uji Polarisasi





Gambar 4.9 Hasil Analisa Komposisi Eemen Kimia Permukaan dengan EDX pada Sampel no. 7 (*casting*)

Pada gambar 4.8 tidak tampak adanya porositas pada spesimen uji hasil casting dengan perbesaran 2000X. Dengan morfologi permukaan spesimen yang lebih baik (halus) dibandingkan hasil metalurgi serbuk, didapatkan deposit dengan unsur yang lebih beragam dengan distribusi yang cenderung merata. Unsur Na dan Cl sebagai salah satu mineral tempat tumbuhnya jaringan lunak cukup dominan menempel di permukaan berbentuk serpihan kecil (titik 1) dan kepingan (titik 2).

4.2 Hasil Uji *Exposure* (*Immersion*)

4.2.1 Data Hilang Massa Vs. Satuan Waktu

Pada spesimen nomor 1-7 dilakukan penimbangan sebelum dan sesudah pengujian *exposure* (*immersion*). Prosedur sebelum penimbangan, dilakukan *chemical cleaning*. Larutan yang digunakan pada proses ini adalah 100 mL HNO₃ dan 20 mL HF. Proses *cleaning* memerlukan waktu 20 menit pada temperatur 25 °C³⁹.

Laju korosi berdasarkan pengujian konvensional seperti ini dapat dihitung dengan teknik pengukuran massa yang hilang (*mass loss measurement*) menggunakan persamaan berikut⁴⁰,

$$\text{Corrosion Rate (CR)} = \frac{3,45 \times 10^6 \times W}{A \times T \times D} \quad (4.1)$$

dimana : CR = Laju korosi (mpy)

W = Massa yang hilang (gram)

A = Luas Area ter-*expose* (cm²)

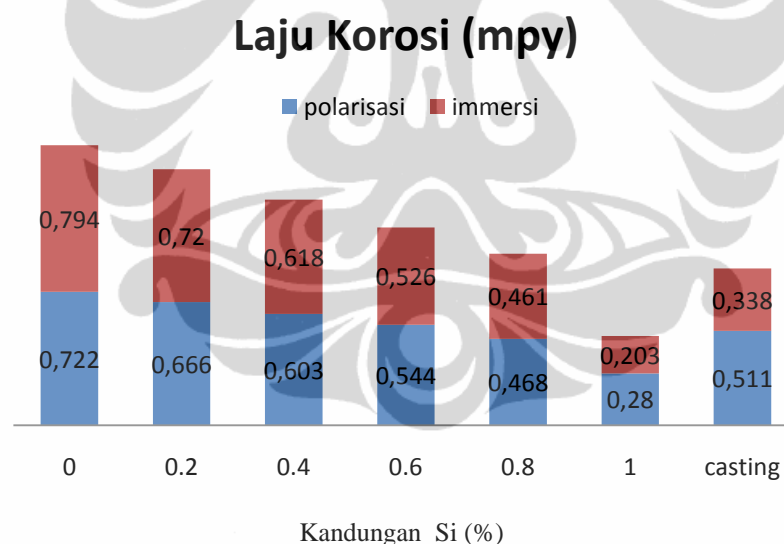
T = Waktu *exposure* (jam)

D = Massa jenis (g/cm³)

Dengan menggunakan persamaan di atas, maka diperoleh perhitungan akhir laju korosi masing-masing spesimen berdasarkan data-data input pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Perhitungan Laju Korosi Spesimen yang di-*exposed* Dalam Larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP) pada pH 7,4 dan 37 °C

No. Spesimen	Minggu ke	Wt Loss (g)	Luas Permukaan (cm ²)	Waktu (jam)	Massa Jenis (g/cm ³)	Laju Korosi (mpy)
1	1	0,0043	13,89	168	8,005	0,794
2	1	0,0039	13,89	168	8,005	0,720
3	2	0,0067	13,89	336	8,005	0,618
4	2	0,0057	13,89	336	8,005	0,526
5	3	0,0075	13,89	504	8,005	0,461
6	4	0,0044	13,89	672	8,005	0,203
7	3	0,0015	3,66	504	8,28	0,338



Gambar 4.10 Perbandingan Laju Korosi dari 7 Buah Spesimen Setelah Mengalami Uji Polarisasi dan *Exposure* (*Immersion*) Dalam Larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP) pada pH 7,4 dan temperatur 37 °C

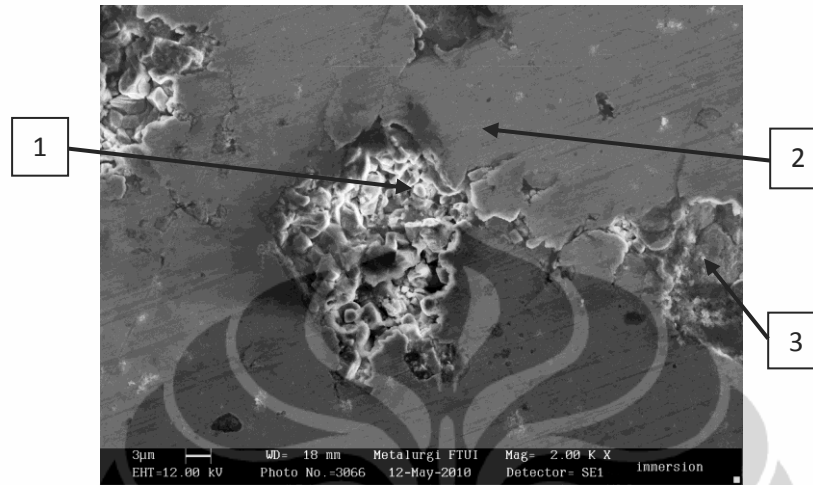
Gambar 4.10 menunjukkan hasil dari kedua teknik pengukuran laju korosi dengan perbedaan yang relatif kecil. Perbedaan kedua teknik tersebut dapat diterima karena masih berkisar dalam sepuluh pangkat dua orde. Sehingga secara umum kedua teknik pengukuran tersebut menghasilkan laju korosi yang relatif sama.

Berdasarkan standar laju korosi untuk aplikasi medis Eropa yaitu dibawah 0,457 mpy, maka spesimen paduan kobalt ASTM F 75 hasil metalurgi serbuk

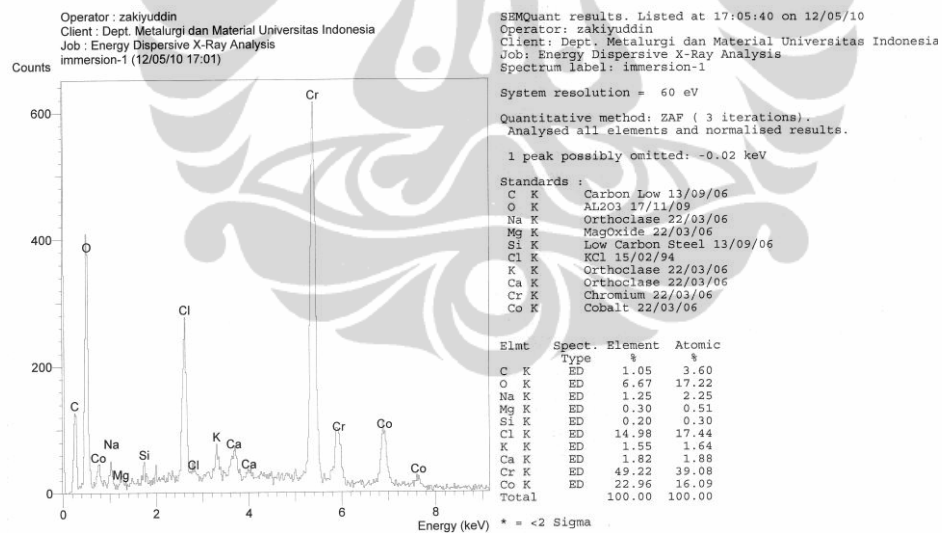
yang memenuhi standar tersebut adalah spesimen nomor 6 dengan kandungan silikon sebanyak 1%.

4.2.2 Foto Pola Permukaan (SEM) dan Analisa Produk Korosi (EDX)

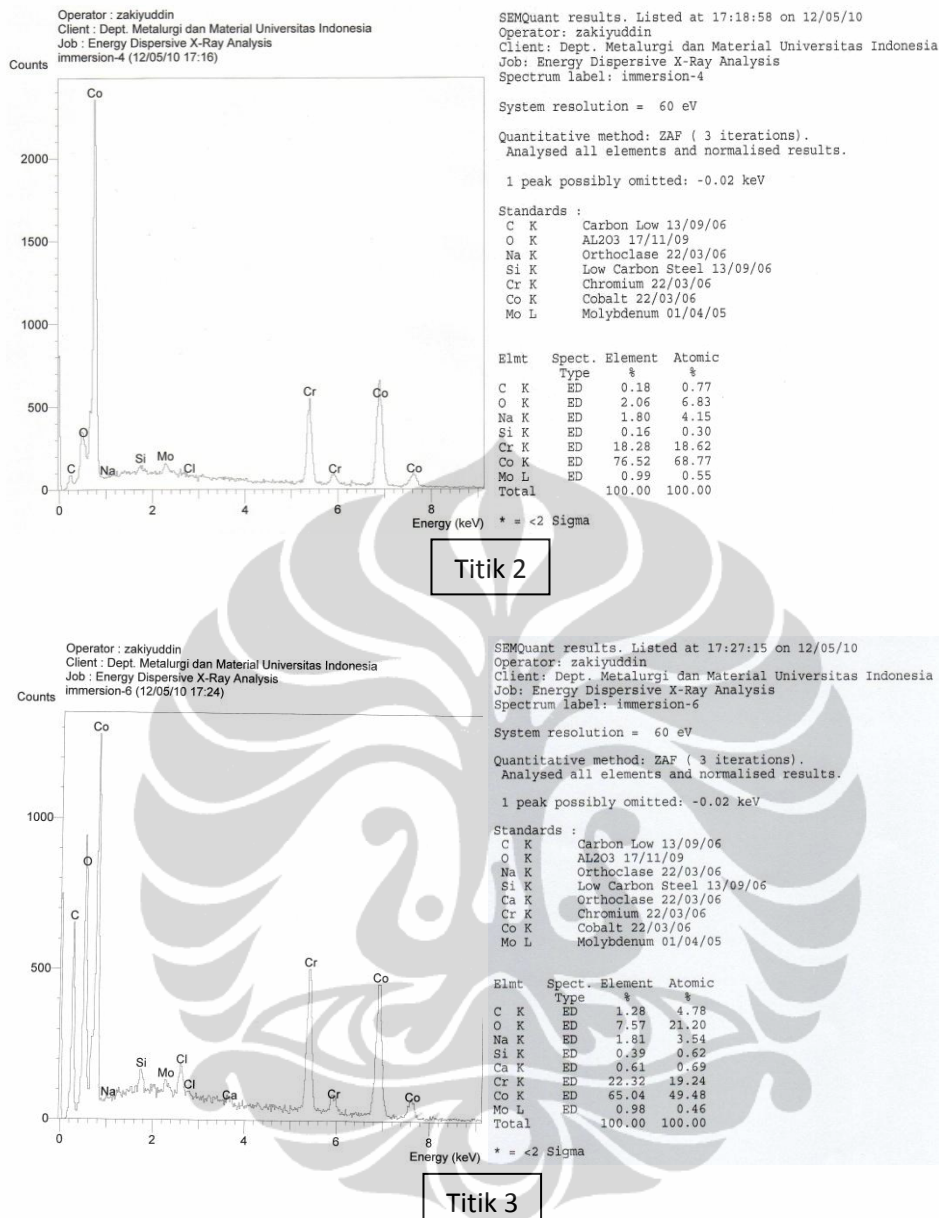
Dengan pengamatan SEM/EDX setelah pengujian exposure (immersion) diperoleh morfologi dan analisa komposisi elemen kimia permukaan :



Gambar 4.11 Hasil Pengamatan SEM Setelah Uji *Exposure* Selama 1 Minggu pada Spesimen no. 1 (0% Si)

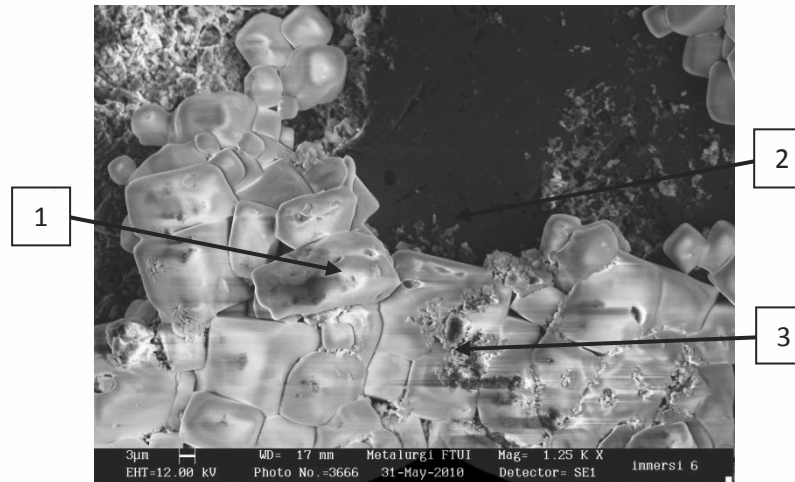


Titik 1

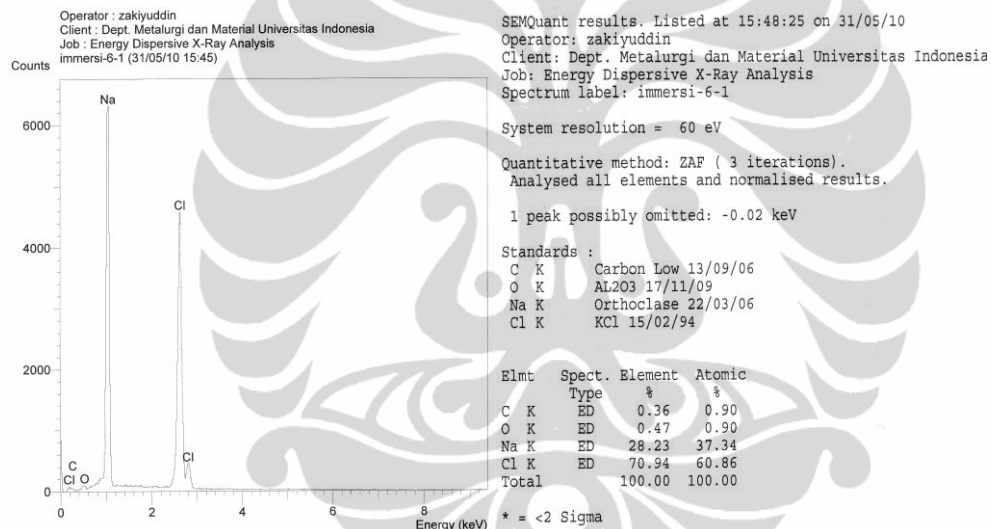


Gambar 4.12 Hasil Analisa Komposisi Elemen Kimia Permukaan dengan EDX pada Spesimen no. 1 (0% Si)

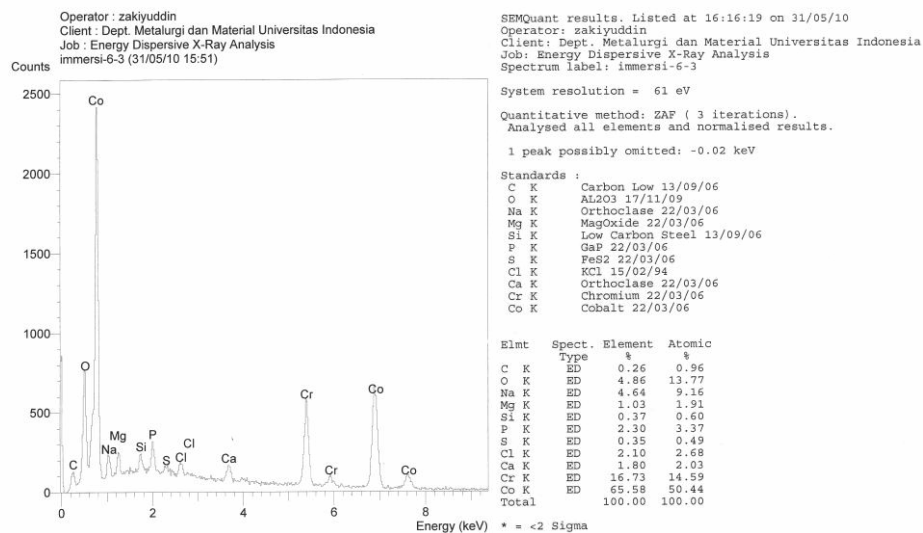
Pada gambar 4.11, dengan perbesaran 2000X terlihat porositas yang besar. Terjadi reaksi terhadap larutan *Artificial Blood Plasma* berupa deposit yang terkonsentrasi dalam lubang pori (titik 1). Pada titik 1, 2 dan 3 juga tidak menunjukkan konsentrasi oksigen yang drastis (2,06 – 7,57 % *element*), sehingga tidak mengindikasikan adanya korosi lokal sumuran (*pitting*).



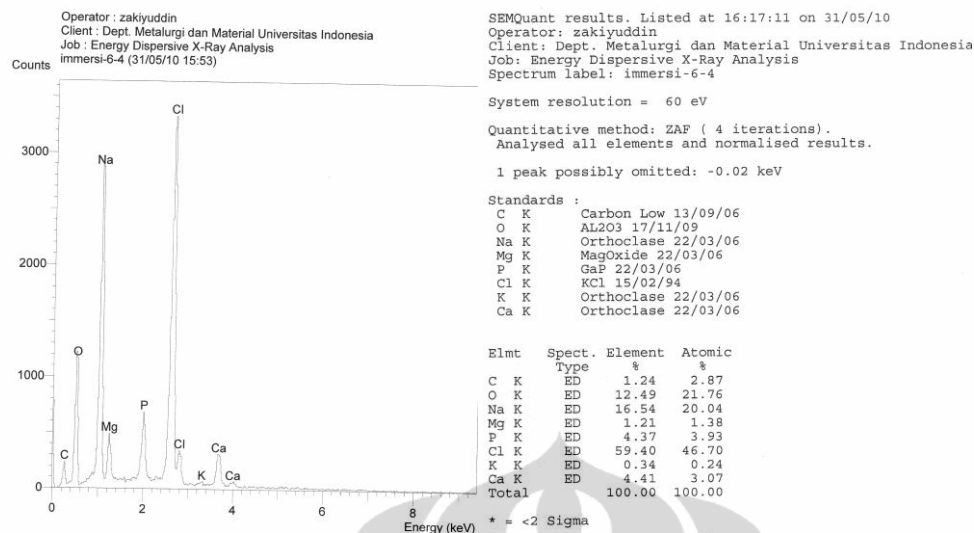
Gambar 4.13 Hasil Pengamatan SEM Setelah Uji *Exposure* Selama 4 Minggu pada Spesimen no. 6 (1% Si)



Titik 1



Titik 2



Titik 3

Gambar 4.14 Hasil Analisa Komposisi Elemen Kimia Permukaan dengan EDX pada Spesimen no. 6 (1% Si)

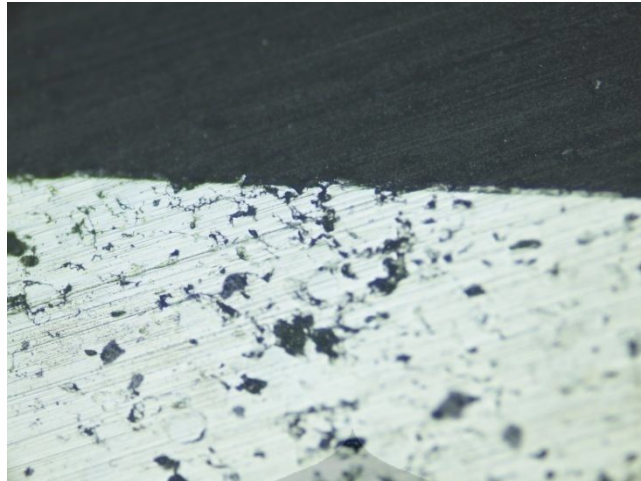
Hasil pengamatan pada gambar 4.13 dengan perbesaran 1250X, pada titik 2 dan 3 terdapat deposit unsur Ca, P dan O dalam bentuk butiran halus sebagai komponen mineral utama inorganik pembentuk jaringan tulang⁴¹. Deposit tersebar merata, diantara tumpukan butiran besar NaCl (titik 1) yang sangat dominan pada permukaan. Porositas yang tampak juga kecil. Permukaan mulai tertutupi oleh deposit mineral yang terbentuk akibat reaksi elektrokimia dalam larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP) selama 4 minggu.

4.2.3 Foto Penampang Melintang (*Cross Section*)

Foto penampang melintang (*cross section*) spesimen setelah *exposure* :



Gambar 4.15 Penampang Melintang Spesimen Minggu Pertama (Spesimen no.2, 0,2% Si, Perbesaran 200 X)



Gambar 4.16 Penampang Melintang Spesimen Minggu Kedua (Spesimen no.3, 0,4% Si, Perbesaran 200 X)



Gambar 4.17 Penampang Melintang Spesimen Minggu Ketiga (Spesimen no.5, 0,8% Si, Perbesaran 200 X)

Tampak pada gambar 4.15, 4.16, dan 4.17, penampang melintang dari spesimen memiliki tiga bagian. Bagian paling atas ditandai dengan warna gelap, adalah resin pada permukaan, bagian tengah (lapisan antara) adalah *interface* yang mengalami degradasi, dan pada bagian bawah adalah material paduan kobalt ASTM F 75 hasil metalurgi serbuk.

Pada gambar 4.15 menunjukkan terjadinya degradasi akibat porositas yang cukup besar pada spesimen nomor 2 dengan kandungan 0,2% Si. Tetapi, seperti yang sudah dijelaskan dari hasil pengujian polarisasi potensiodinamik dan SEM/EDAX, degradasi yang tampak bukan diakibatkan korosi lokal sumuran (*pitting*). Sedangkan pada spesimen 3 (gambar 4.16) dan spesimen 5 (gambar 4.17), yang teramati hanya adanya korosi merata, ditandai dengan adanya kondisi yang rusak pada daerah antar muka (*interface*) permukaan logam.

Dari gambar 4.15, 4.16 dan 4.17 nampak perbandingan porositas yang semakin kecil, dengan kandungan silikon yang semakin besar.

4.2.4 Data Kelayakan Biokompatibilitas

Dari hasil pengukuran ion-ion pada larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP) setelah pengujian *exposure (immersion)*, diperoleh data-data pada tabel 4.3 berikut ini :

Tabel 4.3 Kadar Ion-Ion Terlarut dari Spesimen Paduan Kobalt ASTM F 75 Hasil Metalurgi Serbuk yang Mengalami *Exposure* Dalam Larutan *Artificial Blood Plasma* (ABP) pada pH 7,4 dan 37 °C

Unsur	Kadar Ion Terlarut Selama 1 Minggu		Ambang Batas Maks. Toxicity CCR ₅₀ (ppm)	Prediksi Usia Implan (Tahun) Sp.1	Prediksi Usia Implan (Tahun) Sp.6
	Sp.1 (ppm)	Sp.6 (ppm)			
Fe	0,176	0,131	59,00	6,446	8,661
Mn	0,067	0,029	15,00	4,305	9,947
Co	1,41	0,302	3,50	0,048	0,223
Ni	0,295	0,254	1,10	0,072	0,083
Cr	0	0	0,06	-	-
V	0	0	0,03	-	-

Tabel 4.3 memperlihatkan bahwa unsur yang paling aman, berturut-turut adalah V, Cr, Fe, Mn, Ni, dan Co untuk spesimen nomor 1. Sedangkan, untuk spesimen nomor 6 adalah V, Cr, Mn, Fe, Co, dan Ni. Jika diasumsikan perubahan laju terlarutnya ion kobalt (Co) dan nikel (Ni) adalah konstan, maka untuk luasan spesimen paduan kobalt ASTM F 75 hasil metalurgi serbuk yang ter-*exposed* berukuran minimal 13,89 cm², kadar ion terlarut kobalt (Co) dan nikel (Ni) akan mencapai ambang batas maksimum setelah periode 17,52 dan 26,28 hari terhadap spesimen nomor 1. Sedangkan terhadap spesimen nomor 6, ambang batas maksimum dicapai setelah periode 81,39 dan 30,29 hari. Adanya kandungan Si sebesar 1% pada spesimen nomor 6 menunjukkan hasil ion-ion terlarut yang lebih kecil dibandingkan spesimen nomor 1 yang tidak mengandung Si.

Hasil yang terlihat pada tabel 4.3 menunjukkan bahwa paduan kobalt ASTM F 75 hasil metalurgi serbuk memiliki kelemahan aspek biokompatibilitas, walau belum tentu benar karena ada pertumbuhan lapisan pasif. Spesimen nomor 1 yang memiliki kandungan 0% Si hanya memiliki usia penggunaan 17,52 hari, sedangkan spesimen nomor 6 yang memiliki kandungan 1% Si hanya 30,29 hari. Lapisan pasif yang melindungi paduan kobalt ASTM F 75 hasil metalurgi serbuk belum sepenuhnya cukup mencegah reaksi oksidasi dalam lingkungan *Artificial Blood Plasma* (ABP) selama 4 minggu.