

SINTESIS PADUAN KOBALT MELALUI TEKNIK PELEBURAN DAN KARAKTERISASINYA SEBAGAI IMPLAN TULANG PROSTHESIS

Efinda Putri Normasari Susanto¹, Arista Indriani^{1,*}, Umi Himawati^{1,**}, dan Aminatun^{1,***}

¹*Prodi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga*
Email: *efinda.putri@gmail.com, arista.dipo@yahoo.com*, adiansanjaya@ymail.com**, ami_sofijan@yahoo.co.id****

Abstract

Cobalt-based alloys are widely used to be prosthesis because of their excellent properties. In this work, cobalt alloys variation of Cr have been synthesized by smelting method and accompanied by rolling process. The evaluated material properties show that microstructure dominant by γ phase. It was also found that the whole process of synthesis have good solubility. Hardness value show variation of 33% Cr include on the range of ASTM F75 that is 345,24 VHN. Corrosion test result show variation of 31,5% and 34,5% Cr satisfy corrosion rate of Europe standard (0,457 mpy). But on the other hand, they have good biocompatibility.

Keywords: *Cobalt alloys prosthesis, microstructure, hardness value, corrosion rate, cytotoxicity.*

1. PENDAHULUAN

Kasus operasi bedah tulang di Indonesia meningkat seiring dengan banyaknya masyarakat usia lanjut, penyakit osteoporosis, osteoarthritis, dan tingginya tingkat kecelakaan. Kerusakan tulang khususnya tulang rawan sendi dapat digantikan dengan implan tulang prosthesis (biomaterial yang ditanam dalam tubuh secara permanen, yaitu sekitar 15 - 20 tahun) (Sukaryo dkk, 2009). Pemenuhan prosthesis tersebut masih bergantung dengan impor sehingga harganya mahal dan tidak efektif waktu untuk penyembuhan pasien. Selain itu, ukurannya pun tidak sesuai dengan ukuran tulang orang Indonesia.

Sifat utama yang harus dimiliki oleh biomaterial berbasis logam untuk implan prosthesis adalah kesesuaian dengan sel hidup (*excellent biocompatibility*), tidak karsinogen, daya pakai yang lama dan kekuatan bahan implan yang bagus. Selain itu juga harus memiliki ketahanan korosi

dan osteointegrasi yang bagus (Sulistioso, 2011).

Material implan berbasis logam yang sudah banyak digunakan secara umum diantaranya adalah *stainless steel*, paduan kobalt, dan paduan titanium. *Stainless steel* memiliki ketahanan korosi yang kurang baik dan apabila menggunakan bahan paduan titanium harganya relatif mahal. Sedangkan paduan kobalt memiliki sifat mekanik dan biokompatibilitas yang lebih baik dibandingkan *stainless steel* namun setingkat lebih rendah dari paduan titanium. Harganya pun lebih murah dari paduan titanium.

Paduan kobalt variasi Cr diharapkan mampu memperbaiki sifat mekanik dan non-mekanik implan tulang prosthesis. Cr mampu meningkatkan ketahanan korosi dengan membentuk lapisan pasif Cr_2O_3 dan fasa γ sehingga meningkat kekerasan paduan.

Masalah yang dihadapi saat ini adalah belum ada informasi yang jelas mengenai komposisi yang tepat untuk membuat paduan kobalt yang memiliki sifat

mekanik dan non-mekanik seperti tulang, khususnya untuk bagian femoral. Tentu saja ini tidak lepas dari penentuan komposisi yang tepat dari unsur penyusun paduan kobalt. Oleh karena itu perlu dilakukan studi lebih mendalam mengenai sintesis paduan kobalt sebagai implan tulang prosthesis khususnya dari aspek optimalisasi komposisi Cr.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis paduan kobalt dengan variasi Cr dengan komposisi merujuk pada ASTM F75. Adapun variasi Cr yang dilakukan sebesar 28,5; 30; 31,5; 33; dan 34,5 dari % berat keseluruhan. Sesuai standart ASTM F75 maka penambahan komposisi bahan lain yang konstan dengan jumlah persen berat sebesar 5% Mo; 0,5% Mn; 0,5% Si; 0,25% N; dan sisanya Co. Pembuatan logam paduan kobalt ini dilakukan dengan metode teknik peleburan yang disertai dengan rolling.

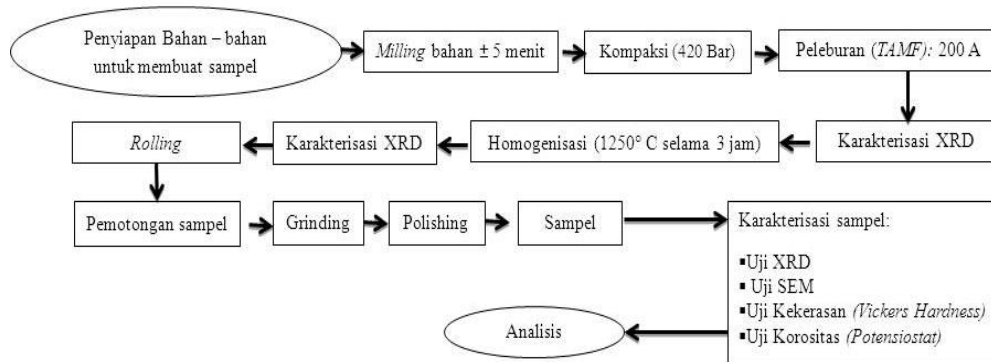
Tujuan dari penelitian ini adalah untuk melakukan karakterisasi pengaruh

dari variasi Cr dan teknik peleburan yang disertai *rolling* terhadap paduan kobalt. diharapkan dari penelitian ini mampu membuat paduan kobalt yang sesuai dengan karakterisasi implant tulang prosthesis.

2. METODE

Waktu Dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan selama 5 bulan pada tahun 2013. Persiapan bahan dilakukan di Laboratorium Material Fisika Universitas Airlangga. Kompaksi, grinding, dan polishing di Laboratorium material FMIPA-ITS. Peleburan paduan kobalt dilakukan di Laboratorium Dasar Bersama Universitas Negeri Malang. Uji XRD, SEM-EDX, uji kekerasan, dan uji laju korositas dilakukan di Jurusan Material dan Metalurgi-FTI ITS Surabaya. Uji sitotoksitas dilaksanakan di PUSVETMA Surabaya.



Gambar Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi timbangan digital, krusibel alumina, *High Energy Milling* (HEM), mesin press "carver", *Tri Arc Melting Furnace* (TAMF), *Furnace Programable*, mesin *rolling*, mesin *grinder* dan *polisher*, gerinda, dan amplas. Sedangkan alat yang digunakan untuk karakterisasi sampel adalah difraktometer sinar-X *PANalytical X'Pert PRO* untuk uji XRD, SEM-EDX untuk uji morfologi

permukaan sampel, *Tester Digital Auto Turret model 402MVD* untuk uji kekerasan (*Microvickers Hardness*), dan *Potensiostat tipe VersaSTAT 4* untuk uji korositas.

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam pembuatan sampel paduan kobalt pada penelitian ini adalah serbuk Kromium, serbuk kobalt, serbuk molibdenum, serbuk mangan, serbuk silikon dan serbuk. Bahan-bahan larutan SBF yang akan digunakan untuk uji korosi adalah NaCl, KCl, CaCl₂, NaHCO₃, K₂HPO₄.3H₂O, Na₂SO₄, MgCl₂.6H₂O, (CH₂OH)₂CNH₂ dan larutan HCl 1 M.

Metode

Penelitian ini terdiri dari 5 tahap, pertama adalah persiapan bahan. Masing-masing unsur ditimbang sesuai persentase berat dengan variasi Cr (28,5; 30; 31,5; 33, dan 34,5 dari % berat). Total keseluruhan berat adalah 10 gram, berikut adalah persentase masing-masing unsur:

Tabel 1. Komposisi Paduan Kobalt Variasi Cr

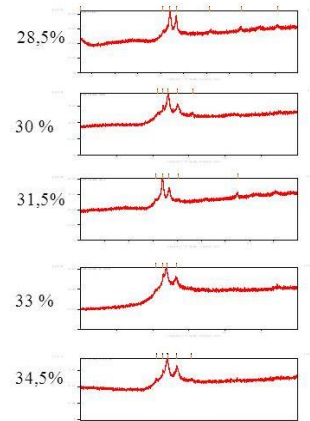
Variasi Komposisi Cr	Komposisi (% Berat)						Total
	Cr	Mo	Mn	Si	N	Co	
28,5%	28,5	5	0,5	0,5	0,25	65,25	100%
30,0%	30,0	5	0,5	0,5	0,25	63,75	
31,5%	31,5	5	0,5	0,5	0,25	62,25	
33,0%	33,0	5	0,5	0,5	0,25	60,75	
34,5%	34,5	5	0,5	0,5	0,25	59,25	

Tahap kedua adalah proses peleburan yang diawali dengan proses kompaksi untuk optimalisasi proses. Tahap ketiga adalah homogenisasi pada suhu rekristalisasi 1250°C selama 3 jam. Tahap keempat adalah proses *rolling* yang disertai dengan pemanasan pada suhu 1200° C selama ± 15 menit dan dilanjutkan dengan quenching. Proses tersebut dilakukan berulang kali hingga diperoleh ketebalan ± 1 mm. Selanjutnya adalah preparasi sampel untuk uji. Diagram alir penelitian dapat dilihat pada lampiran 1.

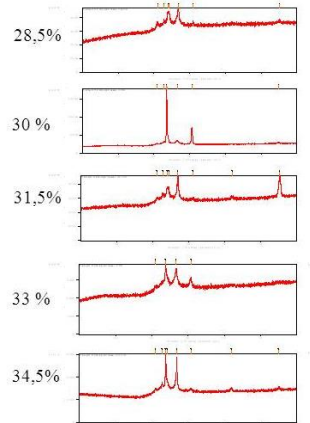
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction)

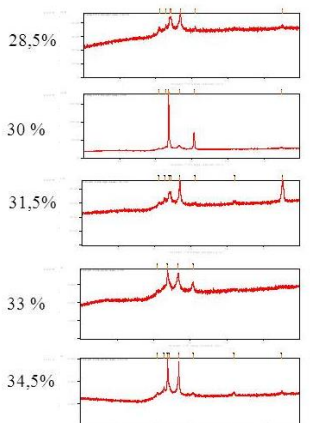
Uji XRD dilakukan terhadap masing-masing sampel (variasi Cr 28,5; 30; 31,5; dan 34,5 %) sebanyak tiga kali, yaitu pada saat setelah peleburan, setelah homogenisasi, dan setelah *rolling*. Berikut akan ditampilkan pola difraktogram paduan kobalt setelah tiga proses tersebut.



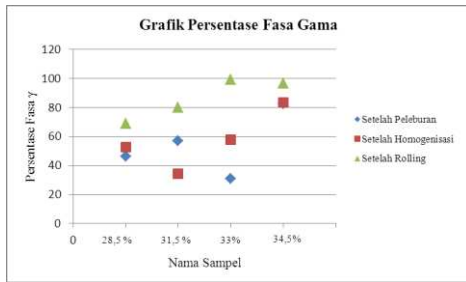
Gambar 1. Pola Difraksi XRD Paduan Kobalt setelah Peleburan



Gambar 2. Pola Difraksi XRD Paduan Kobalt setelah Homogenisasi



Gambar 3. Pola Difraksi XRD Paduan Kobalt setelah *Rolling*



Grafik 4. Persentase Fasa γ dari Tahap Peleburan hingga *Rolling*

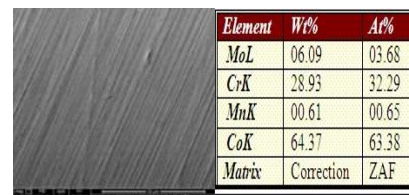
Hasil karakterisasi XRD menunjukkan keberhasilan seluruh proses pembuatan paduan kobalt dengan metode peleburan disertai rolling. Hal diindikasikan dari terbentuknya fasa γ setelah proses peleburan, kemudian fasa tersebut mengalami peningkatan dari aspek kemunculan sudut 2θ dan intensitas karena adanya transformasi fasa. Proses *rolling* disertai dengan pemanasan dan *quenching* juga semakin meningkatkan fasa γ . Proses tersebut mampu mengeliminasi fasa-fasa lain yang kurang stabil dan mudah terdeformasi (ϵ dan θ), sehingga membuat dominansi fasa γ semakin bagus.

Paduan kobalt variasi 30% Cr mengalami kerusakan setelah melalui proses *rolling*. Hal ini dikarenakan fasa γ tidak muncul di sudut 2θ manapun dan hanya muncul fasa σ yang menyebabkan kerapuhan material (Lee *et. al.*, 2008). Pengamatan secara fisik menunjukkan sampel lebih lunak dibandingkan yang lain, sampel dapat dilengkungkan tanpa alat bantu sedangkan sampel lain memiliki kekerasan yang cukup tinggi. Kerusakan diduga dikarenakan proses peleburan kurang sempurna, sebab ketika proses tersebut pijar plasma berwarna seperti api dari pembakaran kayu/arang. Proses peleburan yang kurang sempurna mengakibatkan ikatan-ikatan antar atom paduan kobalt kurang sempurna.

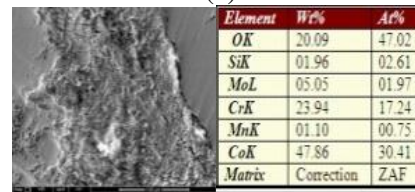
Hasil Karakterisasi SEM-EDX

Karakterisasi SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan paduan kobalt sekaligus komposisi unsur-unsur yang terkandung

dalam satu titik sampel (Vela'squez *et. al.*, 2005). Gambar 5-9 berikut ini memperlihatkan hasil SEM-EDX dari permukaan paduan kobalt setelah *rolling* yang diambil pada dua titik berbeda, yaitu pada daerah normal (permukaan rata) dan pada daerah ekstrim (lubang atau retakan). Hal ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan atau kesamaan karakteristik dua daerah yang ditembak berkas elektron berenergi tinggi tersebut dari aspek kemunculan komponen unsur-unsur paduan.

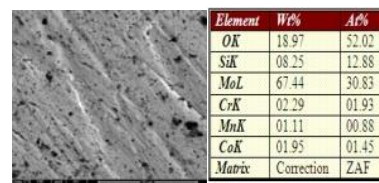


(a)

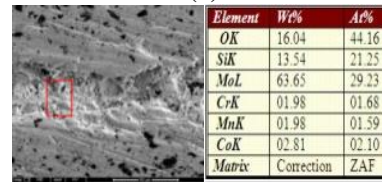


(b)

Gambar 5. SEM-EDX Sampel 28,5% (a) Permukaan rata dan (b) Permukaan Berlubang

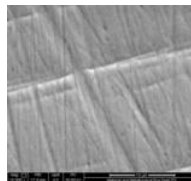


(a)



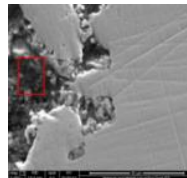
(b)

Gambar 6. SEM-EDX Sampel 30% (a) Permukaan Rata dan (b) Permukaan Berlubang



Element	Wt%	At%
OK	04.94	15.76
SiK	00.42	00.76
MoL	06.20	03.30
CrK	30.21	29.67
MnK	00.54	00.50
CoK	57.70	50.01
Matrix	Correction	ZAF

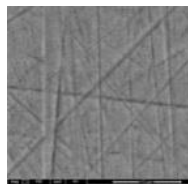
(a)



Element	Wt%	At%
OK	25.85	50.80
SiK	14.39	16.11
MoL	03.53	01.16
CrK	26.17	15.83
MnK	01.97	01.13
CoK	28.09	14.99
Matrix	Correction	ZAF

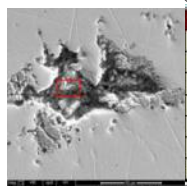
(b)

Gambar 7. SEM-EDX Sampel 31,5% (a) Permukaan Rata dan (b) Permukaan Berlubang



Element	Wt%	At%
OK	05.53	17.42
SiK	00.94	01.68
MoL	06.78	03.56
CrK	27.94	27.06
MnK	00.65	00.60
CoK	58.15	49.68
Matrix	Correction	ZAF

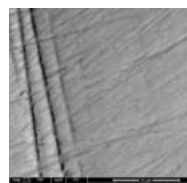
(a)



Element	Wt%	At%
OK	31.83	60.99
SiK	01.32	01.44
MoL	01.79	00.57
CrK	44.77	26.39
MnK	01.47	00.82
CoK	18.83	09.79
Matrix	Correction	ZAF

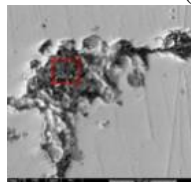
(b)

Gambar 8. SEM-EDX Sampel 33% (a) Permukaan Rata dan (b) Permukaan Berlubang



Element	Wt%	At%
OK	05.14	16.24
SiK	00.75	01.35
MoL	06.45	03.40
CrK	32.89	31.99
MnK	00.56	00.51
CoK	54.20	46.50
Matrix	Correction	ZAF

(a)



Element	Wt%	At%
OK	57.26	57.57
SiK	34.81	30.64
MoL	03.11	00.80
CrK	10.04	04.77
MnK	00.45	00.20
CoK	14.33	06.01
Matrix	Correction	ZAF

(b)

Gambar 9. SEM-EDX Sampel 34,5% (a) Permukaan Rata dan (b) Permukaan Berlubang

Berdasarkan analisis EDX yang ditunjukkan pada Gambar 5-9 paduan

kobalt dengan permukaan rata memiliki kesesuaian perbandingan persentase berat unsur-unsur pemuaduan dengan persentase berat saat penimbangan bahan, meskipun persentase berat unsur-unsur pemuaduan tersebut mengalami penurunan. Sedangkan untuk permukaan yang berlubang/berpori terdapat oksidasi, hal ini diduga dengan munculnya unsur O pada analisis EDXnya.

Unsur O tersebut berinteraksi dengan salah satu senyawa lapisan pasif paduan kobalt sehingga mengoksidasi paduan tersebut. Hasil pengamatan fisik secara langsung menunjukkan bahwa bagian teroksidasi tersebut berwarna hitam. Selain itu dari pengamatan SEM-EDX daerah berlubang tersebut juga nampak bahwa distribusi komponennya cenderung mengarah pada satu atau beberapa komponen saja.

Hasil Uji Kekerasan dengan *Micro-Hardness Vickers*

Pada penelitian ini sifat mekanik yang diuji adalah kekerasan (*hardness*) sampel. Hasil karakterisasi uji kekerasan (*hardness*) ditunjukkan pada Tabel 1 berikut ini:

Tabel 2. Hasil Uji Kekerasan (*Microvickers Hardness*)

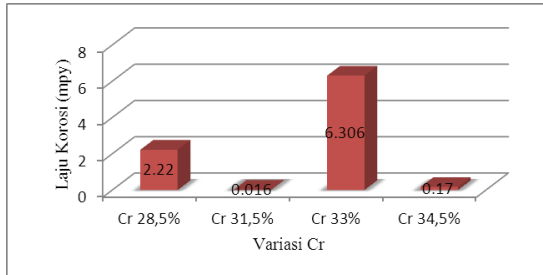
Variasi Komposisi Cr	Kekerasan (VHN)
28,5%	(537,0 ± 24,0)
31,5%	(556,0 ± 19,0)
33,0%	(345,3 ± 11,9)
34,5%	(419,4 ± 5,7)

Paduan kobalt dengan peningkatan variasi Cr seharusnya menghasilkan peningkatan nilai kekerasan. Hanya saja hasil yang diperoleh berbeda dengan yang diharapkan. Kekerasan sampel rata-rata melebihi dari range kekerasan paduan kobalt untuk implan sesuai dengan ASTM F75, yaitu sekitar 276-384,6 VHN. Hasil terbaik dari uji kekerasan ini adalah

pada variasi Cr 33%, yaitu sebesar $(345,24 \pm 11,9)VHN$.

Hasil Uji Korosi

Hasil uji korosi pada penelitian ini memperlihatkan hasil yang bervariasi. Berikut ditampilkan data laju korosi dalam bentuk diagram:

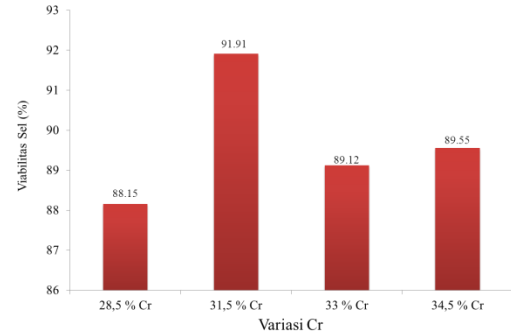


Gambar 10. Diagram Tingkat Laju Korosi Terhadap Variasi Cr pada Paduan Kobalt (Tanpa Variasi Cr 30%)

Sampel dengan variasi Cr 31,5% dan 34,5% hasilnya cukup bagus karena laju korosinya dibawah batas standar laju korosi aplikasi medis Eropa yaitu 0,475 mpy. Hal ini diduga karena sampel variasi Cr 31,5% dan 34,5% tersebut tidak banyak mengalami retakan pada permukaannya, sehingga densitas (massa jenis) sampel lebih besar dan laju korosinya menjadi lebih kecil. Berbeda dengan paduan kobalt pada variasi Cr 28,5% dan 33% yang memiliki lebih banyak mengalami retakan sehingga laju korosinya lebih besar daripada laju korosi sampel dengan variasi 31,5% dan 34,5% dan lebih besar pula dari laju korosi yang ditetapkan oleh standar Eropa.

Uji Sitotoksitas

Uji MTT assay dilakukan untuk menentukan sitotoksitas suatu material. dari agen medikal dan material toksik lainnya. Assay ini didasarkan oleh perubahan warna MTT kuning menjadi kristal formazan biru gelap akibat tereduksi enzim dehidrogenase mitokondrial sel viable (hidup). Perubahan warna dibaca dengan Elisa reader berupa nilai absorbansi (OD). Hasil uji MTT Assay ditampilkan dalam bentuk diagram sebagai berikut:



Gambar 11. Grafik % Viabilitas Sel Terhadap Variasi Cr paduan Kobalt

Hasil uji MTT Assay menunjukkan bahwa seluruh sampel paduan kobalt telah memenuhi standar biokompatibilitas biomaterial. Material tidak bersifat toksik pada sel fibroblast (*cell lines*) apabila prosentase viabilitas sel masih di atas 60%, yaitu OD dari perlakuan masih mendekati OD dari kontrol (Wijayanti, 2010). Hasil terbaik dari uji ini adalah paduan kobalt dengan variasi 31,5% yaitu sebesar 91,91% Cr.

4. KESIMPULAN

Paduan kobalt dengan variasi Cr telah dibuat dengan teknik peleburan yang disertai dengan *rolling*. Hasil yang diperoleh diringkas sebagai berikut:

1. Terjadi peningkatan fasa γ seiring dengan peningkatan variasi Cr dan dari keseluruhan proses tidak mengurangi unsur paduan kobalt.
2. Nilai kekerasan yang memenuhi ASTM F75 adalah paduan kobalt dengan variasi 33%.
3. Nilai laju korositas yang memenuhi standar Eropa adalah paduan kobalt dengan variasi 31,5% dan 34,5% Cr
4. Seluruh paduan kobalt variasi Cr memenuhi standar sitotoksitas biomaterial
5. Hasil terbaik sebagai implan tulang prosthesis adalah paduan kobalt dengan variasi 31,5% Cr.

5. REFERENSI

- [1] Barnhart, J., 1997, *Occurrences, Uses, and Properties of Chromium*, In:Regul Toxicol Pharm, 26:pp.S3–7.
- [2] Bellefontaine, George, 2010, *The Corrosion Of CoCrMo Alloys for Biomedical Applications* [thesis], School of Metallurgy and Materials University of Birmingham.
- [3] Kato, Toshinori, Atsushi Kamei, Sachio Takashima, and *Takeo Ozaki, 1993, *Human Visual Cortical Function During Photic Stimulation Monitoring by Means of Near-Infrared Spectroscopy*, Raven Press, Ltd., New York, 13:516-520.
- [4] Kokubu, T., H. Kushitani, S. Sakka, T. Kitsugi dan T. Yamamuro, 1990, *Solutions Able to Produce In-vivo Surface-Structure Changes in Bioactive Glass-Ceramic A-W*, J. Biomed. Mater. Res., 24, 721-734.
- [5] Kumagai, Kazushige, Naoyuki Nomura, Tsukasa Ono, Masahiro Hotta, and Akihiko Chiba, 2005, *Dry Friction and Wear Behavior of Forged Co–29Cr–6Mo Alloy without Ni and C Additions for Implant Applications*, Vol. 46, No. 7 (2005) pp. 1578 to 1587.
- [6] Lee, Sang-Hak, N. Nomura, A. Chiba, 2008, *Significant Improvement in Mechanical Properties of Biomedical Co-Cr-Mo Alloys with Combination of N Addition and Cr-Enrichment*, *Materials Transactions*, Vol. 49, No. 2, pp. 260-264.
- [7] Niespodziana, K. K. Jurczyk dan M. Jurczyk, 2008, *The Synthesis of Titanium Alloys for Biomedical Application*, Rev. Adv.Mater.Sci. 18(2008) 236-240.
- [8] Sukaryo, Sulistioso G., dkk, 2011, *Sintesis, Analisis Korosi dan Toksisitas pada material Biokompatibel Co-Cr-Mo*, Pusat Teknologi bahan Industri – Batan.
- [9] Wang, Q., L. Zhang, H. Shen, 2010, *Microstructure analysis of plasma nitrided cast/forged CoCrMo alloys*, Elsevier: 205 (2010) 2654–2660.
- [10] Wiranata, Hezti, 2012, *Sintesis Paduan Kobalt dengan Variasi Kandungan Nitrogen*, Skripsi FIS IPB, Bogor.
- [11] Yuswono dan Andika Pramono, 2010, *Pembuatan Paduan Logam Co-30%Cr-6%Mo Melalui Pengerjaan Kompak dan Sinter dan Pengaruhnya Terhadap Kandungan Si*, Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI, Banten.