



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR - TL 184834

**PENGARUH KONSENTRASI POLYCAPROLACTONE SEBAGAI  
POST TREATMENT TERHADAP LAJU DEGRADASI PADUAN  
MAGNESIUM AZ31B YANG TEROKSIDASI UNTUK APLIKASI  
BIODEGRADABLE ORTHOPEDIC DEVICES**

**RAFIANDY EL FURQON**  
NRP. 02511540000082

Dosen Pembimbing

Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.  
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2019





TUGAS AKHIR - TL 184834

**PENGARUH KONSENTRASI POLYCAPROLACTONE  
SEBAGAI POST TREATMENT TERHADAP LAJU  
DEGRADASI PADUAN MAGNESIUM AZ31B YANG  
TEROKSIDASI UNTUK APLIKASI BIODEGRADABLE  
ORTHOPEDIC DEVICES**

RAFIANDY EL FURQON  
NRP. 0251154000082

Dosen Pembimbing

Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.  
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2019

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



TUGAS AKHIR - TL 184834

**THE EFFECT OF POLYCAPROLACTONE  
CONCENTRATION AS A POST TREATMENT ON  
DEGRADATION RATE IN OXIDATED MAGNESIUM ALLOY  
AZ31B FOR BIODEGRADABLE ORTHOPEDIC DEVICES**

RAFIANDY EL FURQON  
NRP. 0251154000082

Advisors

Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.  
Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T

MATERIALS ENGINEERING DEPARTMENT  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2019

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**PENGARUH KONSENTRASI POLYCAPROLACTONE  
SEBAGAI POST TREATMENT TERHADAP LAJU  
DEGRADASI PADUAN MAGNESIUM AZ31B YANG  
TEROKSIDASI UNTUK APLIKASI BIODEGRADABLE  
ORTHOPEDIC DEVICES**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik  
pada  
Bidang Studi Korosi dan Kegagalan  
Program Studi S-1 Departemen Teknik Material  
Fakultas Teknologi Industri  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

**RAFIANDY EL FURQON**  
NRP. 0251144000082

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng. .... (Pembimbing 1)
2. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T. .... (Pembimbing 2)



*(Halaman ini sengaja di kosongkan)*

# **PENGARUH KONSENTRASI POLYCAPROLACTONE SEBAGAI POST TREATMENT TERHADAP LAJU DEGRADASI PADUAN MAGNESIUM AZ31B YANG TEROKSIDASI UNTUK APLIKASI BIODEGRADABLE ORTHOPEDIC DEVICES**

**Nama** : Rafiiandy El Furqon  
**NRP** : 02511540000082  
**Departemen** : Teknik Material  
**Pembimbing** : Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.  
**Co Pembimbing** : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

## **Abstrak**

*Penggunaan paduan magnesium sebagai biomaterial adalah sifat mekanik dan biokompabilitas yang baik, namun magnesium memiliki laju degradasi yang relatif tinggi. Salah satu teknik rekayasa permukaan magnesium yang sering digunakan adalah PEO (Plasma Electrolytic Oxidation), namun dikarenakan sifat PEO yang berpori maka perlu dilakukan sebuah langkah tambahan atau post-treatment. Polimer biodegradable merupakan pilihan yang tepat untuk langkah tersebut dan salah satu polimer yang memiliki nilai degradasi yang paling bagus ialah polycaprolactone (PCL). Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh konsentrasi PCL terhadap laju degradasi paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi dengan variasi konsentrasi PCL 2%,4%,6%, dan 8%. Berdasarkan hasil XRD pada substrat hasil PEO terdapat 2 senyawa baru terbentuk yaitu MgO dan Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. Pada pengujian FTIR berhasil ditemukan gugus fungsi ester dan alkana yang menandakan bahwa PCL telah berhasil dilapiskan kepada permukaan substrat yang telah teroksidasi. Hasil SEM/EDX pada permukaan menunjukkan semakin tinggi konsentrasi PCL maka semakin kecil ukuran diameter pori. Pada penampang melintang semakin tinggi*

*konsentrasi maka semakin tebal lapisan PCL yang terbentuk. Hasil dari pengujian tape test menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi dari polimer maka kekuatan adhesi dari lapisan tersebut akan semakin rendah, didapati spesimen dengan kekuatan adhesi yang paling rendah adalah spesimen dengan konsentrasi PCL 8% dengan luas area yang terkelupas sebesar 80,7%. Pada pengujian kekerasan menggunakan micro hardness Vickers didapatkan kesimpulan bahwa konsentrasi dari polimer tidak memberikan dampak yang signifikan pada kekerasan substrat yang telah teroksidasi. Pada pengujian laju degradasi menggunakan metode weightloss didapatkan bahwa substrat yang memiliki laju degradasi paling rendah adalah substrat dengan konsentrasi 8% dengan laju degradasi 2.3826 mm/tahun.*

***Kata Kunci: magnesium; plasma electrolytic oxidation (PEO); PCL; konsentrasi; laju degradasi***

**THE EFFECT OF POLYCAPROLACTONE  
CONCENTRATION AS A POST TREATMENT ON  
DEGRADATION RATE IN OXIDATED MAGNESIUM  
ALLOY AZ31B FOR BIODEGRADABLE ORTHOPEDIC  
DEVICES**

**Name** : Rafiiandy El Furqon  
**NRP** : 0251154000082  
**Department** : Teknik Material  
**Advisor** : Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng.  
**Co Advisor** : Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T

**Abstract**

*One of the main advantages of using magnesium as biomaterials are because of its good mechanical properties and biocompatibility, but magnesium has relatively high degradation rate. One technique of magnesium surface engineering that is being developed nowadays is by using PEO (Plasma Electrolytic Oxidation), but due to the porous nature of PEO it is necessary to do an additional step or post-treatment. The biodegradable polymer is the right choice for this step and one of the best polymers having degradation value is polycaprolactone (PCL). This study aimed to analyze the effect of PCL concentration on the degradation rate of oxidized magnesium AZ31B alloys with variations in PCL concentrations of 2%, 4%, 6%, and 8%. Based on the results of XRD on the PEO substrate there are 2 new compounds formed, namely MgO and Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. In FTIR testing it was found that the functional groups of esters and alkanes indicated that PCL had been successfully coated on the surface of the oxidized substrate. The results of SEM / EDX on the surface showed that the higher the concentration of PCL, the smaller the pore diameter size. In the cross section the higher the concentration, the thicker the PCL layer is formed. The results of tape test testing showed that the higher the concentration of the*

*polymer, the lower the adhesion strength of the layer, the lower the adhesion strength of the specimens found to be specimens with a concentration of 8% PCL with a peeled area of 80.7%. In hardness testing using Vickers micro hardness it was concluded that the concentration of the polymer did not have a significant effect on the hardness of the oxidized substrate. In testing the rate of degradation using the weightloss method, it was found that the substrate which had the lowest degradation rate was a substrate with a concentration of 8% with a degradation rate of 2.3826 mm/year.*

***Keywords: magnesium; plasma electrolytic oxidation (PEO); PCL; concentration; degradation rate***

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan limpahan Rahmat, Hidayah, dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan seluruh rangkaian penyusunan laporan Tugas Akhir dengan judul **“Pengaruh Konsentrasi Polycaprolactone Sebagai Post-Treatment Terhadap Laju Degradasi Paduan Mg AZ31b Yang Teroksidasi Untuk Aplikasi Biodegradable Orthopedic Devices”** yang menjadi salah satu syarat kelulusan mahasiswa di Departemen Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis juga ingin mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah memberi dukungan, dan bimbingan kepada penulis hingga Tugas Akhir ini dapat diselesaikan. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Allah SWT yang selalu memberikan Rahmat, Hidayah dan Karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Bapak Dr. Agung Purniawan, S. T., M. Eng. selaku dosen pembimbing I sekaligus Ketua Departemen Teknik Material FTI ITS yang telah sabar memberikan bimbingan dan dukungan kepada penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini layaknya orang tua yang membimbing anak-anaknya.
3. Bapak Haniffudin Nurdiansyah S.T., M.T. selaku dosen pembimbing II yang dengan sabar dan tidak bosan memberikan ilmu, arahan dan masukan kepada penulis.
4. Dr. Hosta Ardhyanta S.T., M.Sc. selaku kaprodi Departemen Teknik Material FTI ITS dan dosen wali penulis selama masa perkuliahan karena telah membantu urusan akademis dari penulis

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan pada penyusunan laporan Tugas Akhir ini dan mengharapkan kritik serta saran agar dapat lebih baik kedepannya. Semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat bagi semua.

Surabaya, Juni 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	v
<b>ABSTRAK</b> .....	vii
<b>ABSTRACT</b> .....	ix
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xiii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xvii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xxi
<b>BAB I LATAR BELAKANG</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	4
1.4 Tujuan Penelitian .....	4
1.5 Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN MASALAH</b>	
2.1 Tulang Manusia .....	7
2.2 Fraktur .....	8
2.3 Biodegradasi .....	9
2.4 Implan Orthopedi .....	10
2.4.1 Implan Orthopedi Logam.....	11
2.4.2 Implan Orthopedi Keramik .....	11
2.4.3 Implan Orthopedi Polimer .....	12
2.5 Magnesium .....	12
2.6 Paduan Magnesium .....	13
2.6.1 Kandungan Paduan Magnesium.....	13
2.6.2 Sifat Mekanik .....	14
2.6.3 Sifat Biologis.....	16
2.7 Degradasi Magnesium.....	17
2.8 Polimer <i>Biodegradable</i> Untuk Aplikasi Biomedis.....	18
2.8.1 PCL Sebagai Polimer <i>Biodegradable</i> .....	20
2.9 <i>Plasma Electrolytic Oxidation</i> (PEO) .....	21

2.9.1 Proses PEO.....	21
2.9.2 Peralatan PEO dan Sifat Pelapisan .....	24
2.10 <i>Post-Treatment</i> PEO .....	26
2.11 <i>Dip Coating</i> .....	27
2.12 Penelitian Sebelumnya .....	28
2.12.1 PEO <i>Coating</i> .....	28
2.12.2 PCL <i>Coating</i> .....	30
2.12.3 PCL Sebagai <i>Post-Treatment</i> .....	33
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	37
3.2 Metode Penelitian .....	38
3.3 Peralatan dan Proses Penelitian .....	39
3.3.1 Preparasi Sampel .....	39
3.3.2 Proses PEO.....	40
3.3.3 Proses <i>Dip Coating</i> .....	42
3.4 Karakterisasi dan Pengujian .....	43
3.4.1 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i> .....	43
3.4.2 <i>X-Ray Diffraction</i> .....	44
3.4.3 Uji <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	45
3.4.4 Pengujian <i>Fourier-transform Infrared (FTIR)</i> ..	46
3.4.5 Pengujian Kekerasan .....	47
3.4.6 Uji <i>Weight Loss SBF (Simulated Body Fluid)</i> ...	49
3.4.7 <i>Tape Test</i> .....	50
3.5 Rancangan Penelitian .....	51
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Karakterisasi Awal .....	53
4.1.1 Karakterisasi Komposisi Substrat.....	53
4.1.2 Analisis Senyawa Sebelum dan Sesudah Proses PEO.....	54
4.2 Karakterisasi Hasil Proses <i>Dip Coating</i> Polycaprolactone (PCL) Sebagai <i>Post-Treatment</i> Proses PEO .....	57
4.2.1 Pengujian FTIR .....	57

4.2.2 Analisis SEM/EDX.....	59
4.3 Analisis Sifat Mekanik Hasil <i>Dip Coating</i> Polycaprolactonere (PCL) Sebagai <i>Post-Treatment</i> Proses PEO .....	66
4.3.1 Analisis Kekuatan Adhesi .....	66
4.3.2 Pengaruh Polycaprolactone terhadap Kekerasan Permukaan.....	68
4.4 Analisis Hasil Pengujian <i>Weight Loss</i> Paduan Mg AZ31B Sebelum dan Sesudah Pelapisan PCL .....	70
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	73
5.2 Saran.....	74
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	75
<b>LAMPIRAN</b> .....	81
<b>UCAPAN TERIMA KASIH</b> .....	113
<b>BIOGRAFI PENULIS</b> .....	115

*(Halaman ini sengaja di kosongkan)*

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Struktur Tulang Manusia .....	7
<b>Gambar 2.2</b>	Fase <i>Remodelling</i> Tulang Manusia .....	9
<b>Gambar 2.3</b>	Mekanisme Degradasi Mg Secara in Vivo .....	18
<b>Gambar 2.4</b>	Struktur PCL .....	20
<b>Gambar 2.5</b>	Morfologi Permukaan Material yang Dilapisi dengan Metode PEO .....	22
<b>Gambar 2.6</b>	Skema Peralatan PEO .....	23
<b>Gambar 2.7</b>	Morfologi Permukaan PEO/PCL pada Material AZ31B .....	25
<b>Gambar 2.8</b>	Tahapan dalam Proses <i>Dip Coating</i> .....	27
<b>Gambar 2.9</b>	Morfologi (a) Paduan Mg AZ31 dan (b) Paduan Mg AZ31 Dilapisi Menggunakan Metode PEO .....	28
<b>Gambar 2.10</b>	Hasil SEM Morfologi Permukaan Spesimen PEO dengan Variasi Tegangan, Waktu Oksidasi A)400V,5 Menit, B)400V, 10 Menit, C)400V,15 Menit, D)450V,5 Menit, E)450V,10 Menit, F)450V,15 Menit, G)500V,5 Menit, H)500V,10 Menit, I)500V,15 Menit Perbesaran 2000X .....	29
<b>Gambar 2.11</b>	Morfologi Permukaan Paduan Mg – 5%Zn Setelah dilapisi PCL (a) 2% (w/v) (b) 2,5% (w/v) (c) 3% (w/v) (d) 3,5% (w/v) Perbesaran 1000x .....	31
<b>Gambar 2.12</b>	Grafik Nilai Rata – Rata Degradation Rate Sebelum dan Setelah Coating dengan Variasi Konsentrasi PCL .....	32

<b>Gambar 2.13</b>	Tampilan Permukaan Paduan (a) AZ31, (b) PEO, (c) PEO / PCL Setelah Direndam Dalam SBF Selama 1 (i-1), 7 (i-7) dan 28 (i-28) hari.....	34
<b>Gambar 2.14</b>	Pola XRD dari Paduan AZ31, PEO, dan PEO/PCL .....	35
<b>Gambar 2.15</b>	Laju Degradasi dari Paduan AZ31, PEO dan PEO/PCL dari Hasil Pengujian SBF....	36
<b>Gambar 3.1</b>	Diagram Alir Penelitian.....	38
<b>Gambar 3.2</b>	Substrat Mg AZ31B .....	40
<b>Gambar 3.3</b>	Pembersihan dengan <i>Ultrasonic Cleaner</i> ...	40
<b>Gambar 3.4</b>	Rangkaian Proses PEO .....	41
<b>Gambar 3.5</b>	Proses <i>Dip Coating</i> .....	42
<b>Gambar 3.6</b>	Alat Pengujian XRF .....	43
<b>Gambar 3.7</b>	Mesin Uji XRD .....	44
<b>Gambar 3.8</b>	Mesin Uji SEM .....	45
<b>Gambar 3.9</b>	Alat Pengujian FTIR.....	46
<b>Gambar 3.10</b>	Alat Pengujian Microvickers Hardness .....	48
<b>Gambar 3.11</b>	Rancangan Titik Indentasi .....	48
<b>Gambar 3.12</b>	Alat Pengujian Weight Loss .....	49
<b>Gambar 3.13</b>	Alat Pengujian Tape Test.....	50
<b>Gambar 4.1</b>	Proses PEO ( <i>Plasma Electrolytic Oxidation</i> ).....	54
<b>Gambar 4.2</b>	Grafik Perbandingan Material Awal dan Setelah Proses PEO .....	55
<b>Gambar 4.3</b>	<i>Peak</i> dari senyawa MgO dan Mg <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> .....	56
<b>Gambar 4.4</b>	Grafik Hasil Pengujian FTIR .....	57
<b>Gambar 4.5</b>	Hasil SEM Proses PEO (500 V, 10 menit) perbesaran 1000x .....	60

<b>Gambar 4.6</b>	Morfologi Permukaan Spesimen PEO/PCL dengan Variasi Konsentrasi PCL (A.) 2% (w/v) (B.) 4% (w/v) (C.) 6% (w/v) (D.) 8% (w/v) Perbesaran 1000x.....	62
<b>Gambar 4.7</b>	Hasil SEM <i>Cross Section</i> Spesimen PEO/PCL dengan Variasi Konsentrasi PCL (A.) 2% (w/v) (B.) 4% (w/v) (C.) 6% (w/v) (D.) 8% (w/v) Perbesaran 3000x.....	64
<b>Gambar 4.8</b>	Hasil Tape Test Untuk Kekuatan Adhesi PCL dengan Variasi Konsentrasi PCL (A.) 2% (w/v) (B.) 4% (w/v) (C.) 6% (w/v) (D.) 8% (w/v).....	67
<b>Gambar 4.9</b>	Grafik Pengujian Weight Loss dengan Variasi konsentrasi PCL .....	71

*(Halaman ini sengaja di kosongkan)*

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b>	Massa Jenis dan Sifat Mekanik dari Beberapa Jenis Biomaterial.....	11
<b>Tabel 2.2</b>	Sifat Mekanik Material Paduan Berbahan Dasar Mg .....	15
<b>Tabel 2.3</b>	Sifat-sifat Material Polimer Biodegradable ....	19
<b>Tabel 2.4</b>	Sifat Fisis PCL.....	21
<b>Tabel 3.1</b>	Komposisi Paduan Magnesium AZ31B .....	39
<b>Tabel 3.2</b>	Rancangan Penelitian .....	51
<b>Tabel 4.1</b>	Hasil Analisis XRF pada Substrat.....	53
<b>Tabel 4.2</b>	Komposisi Paduan Mg AZ31B.....	54
<b>Tabel 4.3</b>	Analisis Peak FTIR.....	58
<b>Tabel 4.4</b>	Hasil Pengujian EDX .....	59
<b>Tabel 4.5</b>	Diameter Pori Pelapisan .....	63
<b>Tabel 4.6</b>	Tebal Lapisan PCL .....	65
<b>Tabel 4.7</b>	Hasil Pengujian <i>Tape-Test</i> .....	66
<b>Tabel 4.8</b>	Data Diagonal Indentasi .....	68
<b>Tabel 4.9</b>	Data Kedalaman Indentasi.....	69

*(Halaman ini sengaja di kosongkan)*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Tulang adalah salah satu bagian dari tubuh manusia yang memiliki peran penting bagi tubuh sehingga kerusakan pada tulang bisa memberikan dampak yang sangat merugikan bagi tubuh manusia (Steele dkk, 1988). Kerusakan yang paling sering terjadi pada manusia adalah patah tulang. Insiden atau kecelakaan yang melibatkan patah tulang telah terus meningkat selama satu dekade terakhir (Trionfo, 2019), hal ini mengindikasikan bahwa penelitian di pengobatan patah tulang di Indonesia masih sangat dibutuhkan.

Dalam dunia medis pemanfaatan dari logam *Stainless steel*, Titanium dan paduan *Cobalt* menjadi alternatif yang banyak dipilih sebagai bahan dasar dalam pembuatan implan tulang karena selain harganya juga relatif murah, material tersebut memiliki sifat mekanik yang baik dan mendukung. Namun, bahan – bahan tersebut mempunyai kelemahan diantaranya yaitu efek jangka panjang yang merugikan bagi pasien karena meningkatkan potensi terjadinya keracunan pada pasien dikarenakan produk hasil korosi yang berupa *debris* akan menyebabkan peradangan pada jaringan tubuh. Hal tersebut juga menghasilkan fenomena *Stress Shielding*, dimana tulang akan menanggung beban yang lebih berat sehingga pertumbuhan pada tulang akan terhambat (Ibrahim dkk, 2017). Alternatif. Material tersebut juga harus memiliki sifat mekanis yang mendukung untuk dijadikan implan pada tulang (Sheikh dkk, 2015). Salah satu material *biodegradable* yang penggunaannya sedang dikembangkan adalah paduan magnesium. Sejak tahun 2010 penggunaan material *biodegradable* berbahan dasar magnesium telah dikomersialkan dan terus dikembangkan (Sezer dkk, 2018). Logam magnesium memiliki beberapa kelemahan dalam penggunaannya sebagai material *biodegradable*, salah satunya yaitu laju degradasi dari magnesium yang tinggi sehingga ketika tulang belum sempurna terbentuk, magnesium sudah terlarut

---

dalam tubuh, hal ini dikarenakan oleh laju korosi yang cepat di dalam tubuh sehingga membuat penggunaan paduan magnesium dikurangi. Masalah lain dalam penggunaan magnesium sebagai material *biodegradable* adalah pembentukan hidrogen selama terjadinya korosi. Korosi pada paduan magnesium yang cepat bisa menghasilkan gelembung hidrogen yang berdekatan dengan implan, hal ini dapat menunda proses penyembuhan jaringan yang terluka. Gelembung hidrogen yang ukurannya besar bisa mengakibatkan terhalangnya aliran darah dan bahkan dapat menyebabkan kematian (Zhang dkk, 2015).

Untuk meningkatkan ketahanan korosi dan *biocompatibility* dari paduan magnesium, dapat dilakukan beberapa metode rekayasa pelapisan. Salah satu teknik rekayasa permukaan magnesium yang sering digunakan adalah PEO (*Plasma Electrolytic Oxidation*). Setelah dilakukan pelapisan dengan PEO, ketahanan korosi dari substrat magnesium akan meningkat, terutama pada proses awal mula terjadinya korosi. Namun, zat korosif masih tetap bisa masuk kedalam inti dari material yang telah dilapisi tersebut karena metode pelapisan menggunakan PEO memiliki struktur yang berpori. Apabila hal ini terjadi maka perlindungan yang diberikan tidak akan bertahan lama. Pada penelitian sebelumnya oleh Fikri pada tahun 2018, dilakukanlah penelitian tentang pengaruh voltase dan waktu terhadap laju degradasi dari pelapisan PEO pada paduan magnesium AZ31, dimana didapatkan hasil yang paling optimal sebesar 0,2 cm/tahun. Namun, laju degradasi tersebut masih bisa lebih di optimalkan. Maka dari itu, setelah proses PEO perlu dilakukan *seal treatment* atau *post treatment* agar memiliki ketahanan korosi dan *biocompatibility* dari material *biodegradable* paduan magnesium yang lebih maksimal (Tian dkk, 2016).

Polimer sintesis *biodegradable* menjadi salah satu pilihan yang sesuai dalam metode pelapisan ini karena memiliki karakterisasi yang bagus. Polimer yang nantinya akan digunakan adalah *Polycaprolactone* atau PCL yang mempunyai nilai

---

---

degradasi yang paling rendah diantara polimer *biodegradable* lainnya (Kim dkk, 2016). PCL dianggap sebagai material *biodegradable* yang tidak bersifat *toxic* dan sesuai apabila digunakan sebagai lapisan pelindung pada paduan magnesium untuk aplikasi *orthopedic* (Agarwal, 2016). Metode pelapisan yang digunakan yaitu *dip coating* yang merupakan pilihan yang sangat baik saat mencoba melapisi benda-benda yang bersifat tiga dimensi, nonsimetris, atau dengan fitur topografi untuk tujuan penelitian. (Scriven, 1988).

Penelitian ini akan membahas lebih lanjut tentang pengaruh konsentrasi polycaprolactone (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi dengan untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*.
  2. Bagaimana pengaruh morfologi permukaan *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi dengan variabel konsentrasi untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*.
  3. Bagaimana pengaruh sifat mekanik *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi dengan variabel konsentrasi untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*.
-

---

### 1.3 Batasan Masalah

Untuk mendapatkan hasil penelitian yang sesuai dengan yang diinginkan serta tidak menyimpang dari permasalahan yang akan ditinjau, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Parameter proses arus dianggap stabil dalam semua proses.
2. Temperatur pada proses PEO dianggap stabil
3. Tegangan selama proses PEO adalah sebesar 500 V dan disumsikan konstan hingga akhir proses PEO.
4. Kecepatan pencelupan dan penarikan substrat pada proses *dip coating* dianggap konstan.
5. Pada pengujian *in vitro* menggunakan temperatur lingkungan 36-38°C dan diasumsikan konstan dari awal hingga akhir pengujian.

### 1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah sebagaimana berikut:

1. Menganalisis pengaruh konsentrasi *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*
  2. Menganalisis pengaruh morfologi permukaan *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi dengan variabel konsentrasi untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*
  3. Menganalisis pengaruh sifat mekanik *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment* paduan magnesium AZ31B yang teroksidasi terhadap laju degradasi dengan variabel konsentrasi untuk aplikasi *biodegradable orthopedic devices*
-

---

### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian yang dilakukan diharapkan bisa memberi manfaat sebagai berikut:

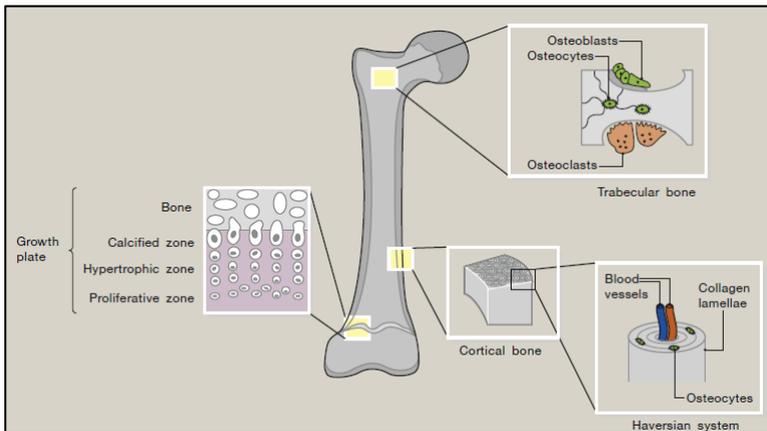
1. Menjadi acuan bagi pemerintah bahwa penelitian di bidang kesehatan terutama pada ilmu tulang sangat penting untuk di kaji lebih dalam menggunakan ilmu material.
2. Menjadi tolok ukur penelitian tentang *biodegradable* material di kemudian hari bagi peneliti lain terutama pada aspek rekayasa permukaan dari suatu material.
3. Menjadi acuan untuk bidang industri terutama untuk industri yang bergerak di bidang kesehatan untuk mewujudkan lapangan usaha yang berpotensi untuk memproduksi suatu produk di bidang ini.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Tulang Manusia

Tulang merupakan organ dari tubuh manusia yang *rigid* atau kaku dan merupakan kerangka vertebrata. Tulang memiliki peran yang penting bagi tubuh manusia seperti melindungi organ, menghasilkan sel darah, dan memberikan struktur pada tubuh manusia. Bagian tubuh ini mempunyai berbagai macam bentuk dan ukuran serta struktur yang kompleks. Tulang memiliki sifat mekanis yang kuat dan keras serta beratnya yang ringan (Steele dkk, 1988). Struktur dari tulang manusia pada umumnya bisa dilihat pada Gambar 2.1.



**Gambar 2.1** Struktur Tulang Manusia (Ralston, 2017)

Struktur tulang pada tubuh manusia terdiri dari dua jenis. Yang pertama, adalah *Cortical bone* yaitu tulang yang padat dengan luas permukaan yang rendah dan yang kedua adalah *Trabecular* atau *cancellous bone* atau tulang spons yang memiliki massa jenis yang lebih kecil dan luas permukaan yang lebih besar

---

daripada *cortical bone*. 80% tulang dari tubuh manusia adalah tulang *cortical*. Penyusun utama dari tulang adalah hydroxyapatit dan senyawa – senyawa karbonat dalam jumlah yang kecil (Ralston, 2017).

## 2.2 Fraktur

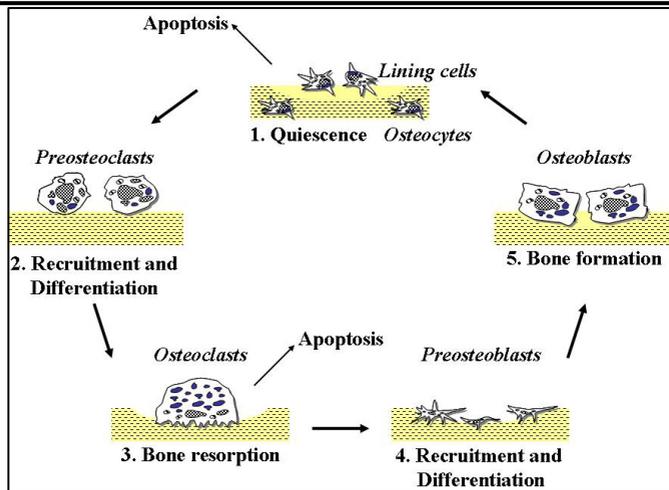
Patah tulang atau fraktur adalah kondisi medis dimana ada kerusakan secara parsial atau secara menyeluruh pada tulang yang merupakan hilangnya kontinuitas tulang, baik yang bersifat total maupun sebagian, biasanya disebabkan oleh trauma. (Abel, 2013).

Patah tulang dibagi menjadi tiga jenis yang penentuannya ditentukan oleh tingkat luka dan fraktur yang terjadi.

Tipe I : Luka kecil yang panjangnya kurang dari 1 cm, terdapat sedikit kerusakan Jaringan, tidak terdapat gejala trauma yang cukup hebat pada jaringan lunak. Fraktur yang terjadi bersifat simpel.

Tipe II : Laserasi kulit melebihi 1 cm tetapi tidak terdapat kerusakan jaringan yang hebat atau avulsi kulit, dan terdapatnya kerusakan yang sedang atau *moderate* pada jaringan

Tipe III : Terdapatnya kerusakan yang hebat pada jaringan lunak termasuk otot, kulit, dan adanya kontaminasi yang cukup hebat. Tipe II dibagi lagi menjadi 3 sub-tipe yaitu sebagai berikut. IIIA, Jaringan lunak menutup tulang yang patah. IIIB, Disertai dengan kerusakan dan kehilangan jaringan lunak dan tulang tidak dapat ditutup oleh jaringan lunak. IIIC, disertai dengan cedera arteri yang memerlukan penanganan secepatnya (Mahartha, 2013).



**Gambar 2.2** Fase *Remodelling* Tulang Manusia  
(Marquis, 2009)

Fase *remodelling* terjadi selama 6 minggu hingga 1 tahun. Fraktur telah dihubungkan oleh tulang yang padat, tulang yang padat tersebut akan diresorpsi dan pembentukan tulang yang terus menerus lamelar akan menjadi lebih tebal, dinding-dinding yang tidak dikehendaki dibuang, dibentuk rongga sumsum dan akhirnya akan memperoleh bentuk tulang seperti normalnya. Terjadi dalam beberapa bulan bahkan sampai beberapa tahun (Nayagam, 2010). Gambar 2.2 menunjukkan tahapan pada saat fase *remodeling* tulang manusia.

### 2.3 Biodegradasi

Biodegradasi adalah kerusakan dari zat organik oleh mikroorganisme. Proses biodegradasi dapat dibagi menjadi tiga tahapan: *biodeterioration*, *biofragmentation*, dan *assimilation*. *Biodeterioration* adalah degradasi tingkat permukaan yang memengaruhi dan memodifikasi sifat mekanik, kimia, dan fisik dari material. Tahapan ini biasanya terjadi ketika material terpapar

---

dengan lingkungan sekitarnya dan menyebabkan degradasi dengan memperlemah struktur dari material.

Tahapan selanjutnya adalah *biofragmentation*. *Biofragmentation* dari material adalah tahapan yang menyebabkan ikatan dalam rantai polimer terputus, membentuk oligomer dan monomer sebagai penggantinya. Produk dari *biofragmentation* lalu diintegrasikan dengan sel microbial, hal ini disebut dengan tahapan asimilasi atau *assimilation* (Lucas, 2008).

Biodegradasi biasanya didefinisikan sebagai degradasi yang disebabkan oleh aktivitas biologis atau enzimatis, ini bisa terjadi secara terus menerus dan dipicu oleh degradasi abiotis, seperti fotodegradasi dan hidrolisis. Istilah *bidegradable*, *resorbable*, *bioerosion* digunakan sebagai petunjuk bahwa alat atau bahan akan hilang pada saat berada dalam jaringan hidup (Sumono dan Fatmawati, 2014).

## 2.4 Implan Orthopedi

Implan tulang adalah sebuah metode penopang bagian tubuh yang digunakan untuk mengobati fraktur atau patah tulang. Karakteristik dari implan tulang yang ideal adalah dengan memperhatikan faktor *biocompatibility*, hidrofilik, dan dapat dimanipulasi secara klinis, mampu menyesuaikan dengan berbagai situasi dan keadaan dan mampu menjadi penopang bagian tubuh atau kerangka untuk pembentukan sel tulang baru, dan berpotensi untuk digantikan oleh tulang induk. Selain hal tersebut, Implan tulang juga harus memiliki sifat kekuatan tekan yang sesuai, dan mampu memberi kekuatan tambahan untuk memperbaiki matriks tulang induk serta tidak menimbulkan alergi.

### 2.4.1 Implan Orthopedi Logam

Implan tulang dengan berbahan dasar logam banyak digunakan untuk menggantikan jaringan tulang yang sudah mengalami kerusakan yang parah. Implan dengan bahan dasar logam banyak digunakan karena sifat ketangguhan dan kekuatan mekaniknya cukup tinggi yang menjadikan implant tersebut lebih superior apabila dibandingkan dengan implan berbahan dasar polimer ataupun keramik. Tabel 2.1 menunjukkan beberapa sifat dari implant berbahan dasar logam.

**Tabel 2.1** Massa Jenis dan Sifat Mekanik dari Beberapa Jenis Biomaterial (Agarwal dkk, 2016)

Material	Massa Jenis (g/cm <sup>3</sup> )	Kekuatan Tarik (MPa)	Modulus Young / Modulus Elastisitas (GPa)
Tulang	~ 2	30-280	5-20
Paduan berbahan dasar Ti	~ 4.5	600-1200	110
Stainless Steel	~ 8	600-1000	200
Paduan berbahan dasar Mg	~ 2	100-400	50
Paduan berbahan dasar Zn	~ 7	100-400	90
Paduan berbahan dasar Fe	~ 8	200-1400	200

### 2.4.2 Implan Orthopedi Keramik

Keramik adalah material *inorganic non-metallic* yang cukup banyak digunakan pada bidang aplikasi rekayasa jaringan keras, atau disebut juga dengan biokeramik. Biokeramik memiliki beberapa sifat yang dicari dan diinginkan dari segi aplikasi biomedik seperti stabilitas *thermo-chemically* yang baik, ketahanan aus yang baik, dan dapat dibentuk sesuai keinginan. Sifat lainnya yang dimiliki oleh biokeramik antara lain adalah

---

*biocompatible, non-toxic and non-immunogenic.* Namun, Biokeramik seperti hydroxyapatite (HAP) bersifat getas dan memiliki kekuatan Tarik yang lemah apabila dibandingkan dengan paduan berbahan dasar Mg. Biokeramik banyak digunakan untuk implant pada tulang wajah dan dental.

### **2.4.3 Implan Orthopedi Polimer**

Material berbahan dasar polimer banyak digunakan dan diaplikasikan untuk rekayasa jaringan karena sifatnya yang ulet, serta sifatnya yang *biocompatible dan biodegradable*. Polimer ini dibagi menjadi dua jenis, yaitu polimer sintetik dan alami. Polimer sintetik seperti aliphatic poly-ester (poly lactic acid, poly glycolic acid, poly co-(lactic-co-glycolic acid)) dapat di sintesis dalam kondisi yang dikontrol sehingga sifat-sifat seperti berat molekulnya dapat diatur. Kelebihan-kelebihan tersebut menunjang penggunaan polimer dalam aplikasi biomedik.

Polimer alami seperti kolagen dan gel berbahan dasar protein telah berhasil diaplikasikan kegunaanya dalam bidang rekayasa jaringan. Polimer alami memiliki sifat yang hampir sama dengan tubuh manusia sehingga banyak digunakan untuk aplikasi biomedik seperti implan dengan laju degradasi yang telah di rekayasa (Agarwal dkk, 2016).

## **2.5 Magnesium**

Magnesium adalah elemen yang cukup penting untuk fungsi biologis pada dalam tubuh manusia, yang dimana magnesium mendukung proses reaksi dari beberapa enzim, memengaruhi jantung secara positif, serta bermanfaat untuk fungsi saraf dan pencernaan. Magnesium juga mempercepat proses pertumbuhan dari tulang manusia. Tubuh manusia dewasa pada umumnya mengandung sekitar 30 gram dari magnesium yang kebanyakan terkonsentrasi pada tulang dan otot. Konsumsi magnesium tubuh manusia yang direkomendasikan secara berkala adalah sekitar 400 mg dan lebih dari itu akan menyebabkan permasalahan pada jantung. Maka dari itulah, magnesium banyak

---

---

dikandung oleh banyak obat-obatan dan suplemen makanan. Kelebihan dosis dari magnesium sangatlah jarang ditemukan, hal ini dikarenakan tubuh manusia yang dapat meregulasikan kadar magnesium secara otomatis, sehingga magnesium yang berlebih akan dikeluarkan sebagai zat ekskresi oleh ginjal manusia.

Di masa lalu, berbagai macam tes biocompatibility telah dilakukan terhadap paduan magnesim seperti Mg-Al-Zn, Mg-Y-Nd, Mg-Zn, Mg-Al-Mn, Mg-Al, Mg-Gd, Mg-Sn, Mg-Zn-Ca dan berbagai macam paduan magnesium yang lain. Baik itu pengujian secara in vitro dengan kultur sel dan pengujian secara vivo dengan binatang yang membuktikan bahwa biocompatibility dari magnesim murni, pada umumnya sangatlah baik. Untuk paduan magnesium, biocompatibility dari material tersebut bergantung pada unsur paduannya. Paduan magnesium yang mengandung zinc, manganese, kalsium, dan logam bumi pada umumnya mengandung biocompatibility yang cukup baik. Paduan-paduan tersebut, setelah diaplikasikan sebagai implan pada tubuh manusia material-material tersebut mengalami degradasi secara berkala tanpa reaksi alergi maupun peradangan (Zberg dkk, 2009).

## **2.6 Paduan Magnesium**

### **2.6.1 Kandungan Paduan Magnesium**

Paduan adalah salah satu metode dimana logam dengan variasi konsentrasi yang berbeda-beda ditambahkan pada suatu material sehingga meningkatkan kualitas dari sifat mekaniknya serta meningkatkan sifat-sifat korosi dari magnesium murni. Kebanyakan dari penelitian yang meneliti paduan Mg fokus pada peningkatan karakteristik-karakteristik tersebut untuk tujuan komersial. Oleh karena itu, sebagian besar penelitian tentang paduan Mg biomedis dilakukan dengan menggunakan paduan yang awalnya dikembangkan untuk industri kedirgantaraan, pertahanan dan otomotif.

---

---

Secara umum, paduan Mg mengandung aluminium (Al) atau logam tanah jarang (Rare Earth Elements). Para peneliti baru-baru ini berkonsentrasi pada penelitian paduan Mg yang aman secara biologis, yang terdiri dari unsur-unsur tidak beracun seperti Ca, Zr, Zn dan Mn. Komponen paduan lain yang sedang diselidiki termasuk Sr, Li, Sn, Si, Bi, Cd, dan Ag. Paduan Mg dapat berupa biner, terner atau lebih. Komponen dan komposisi paduan berkontribusi terhadap berbagai sifat mekanik serta perilaku korosi Mg (Li dkk, 2008).

Paduan dengan unsur Al meningkatkan ketahanan korosi Magnesium. AZ31, AZ61, dan AZ91 adalah paduan Mg-Al-Zn yang umum dengan laju korosi sedang. Zn adalah salah satu unsur paduan yang umum untuk Mg. Kehadiran paduan Zn 6% dalam Mg dilaporkan meningkatkan ketahanan korosi. Ca adalah elemen paduan terkenal lainnya yang mempercepat pertumbuhan tulang. Sifat mekanis dan perilaku korosi dari aloi Mg-Ca dapat disesuaikan dengan mengontrol kandungan Ca. REE adalah elemen penggabung Mg lainnya yang umum. Penambahan REE ke dalam paduan Mg-Al-Zn dilaporkan lebih meningkatkan ketahanan terhadap korosi (Sezer dkk, 2018).

### **2.6.2 Sifat Mekanik**

Sangatlah penting untuk memiliki sifat mekanik yang cukup dan tepat untuk implan biomedis selama siklus implan nya. Daya tahan dalam struktur implan adalah prioritas utama untuk keselamatan pasien karena peran implan adalah untuk mendukung secara fisik jaringan yang rusak selama proses penyembuhan. Selain itu, implan biodegradable yang memiliki sifat mekanis tertinggi tidak selalu berarti bahwa mereka akan mewakili kinerja terbaik. Sebagai contoh, perbedaan besar antara moduli elastis dari implan dan tulang yang rusak dapat menyebabkan ketidaksesuaian elastisitas dan menyebabkan *stress shielding* terutama dalam biomaterial logam yang digunakan untuk aplikasi ortopedi.

---

**Tabel 2.2** Sifat Mekanik Material Paduan Berbahan Dasar Mg  
(Sezer dkk, 2018)

Mg Alloy	Tensile Strength (Mpa)	Yield Strength (Mpa)	Elongation (%)	Young's Modulus (Gpa)
Mg-4.0Zn-0.2Ca (extruded)	297	240	21.3	45
Mg-Zn-Y-Nd (hot-extruded)	316	283	15.6	-
Mg-Zn-Y-Nd (CECed)	303	285	30.2	-
Mg-1.5Y-1.2Zn-0.44Zr (hot-extruded)	236	178	28	-
Mg-3Sn-0.5Mn	240	150	23	-
Mg-3Al-4Zn-0.2Ca	198	-	10.3	44.1
Mg-2Zn-0.5Ca-Mn (heat-treated)	205	-	15.7	-

Ada banyak cara untuk meningkatkan kinerja mekanis implan biodegradable. Paling tidak terdapat dua rute utama yang dapat digunakan untuk meningkatkan sifat mekanis dari paduan Mg yang merupakan paduan dan metode manufaktur gabungan. Dari sudut pandang mekanik, paduan berbasis Mg telah menghadapi dua tantangan yaitu *stress shielding* untuk pemasangan tulang dan batasan “keuletan dan kemampuan lentur” untuk aplikasi stent kardiovaskular. Dalam banyak penelitian, para peneliti telah mencoba meningkatkan sifat mekanik Mg dengan mencampurkannya dengan berbagai elemen seperti Ca, Al, Zn, Zr dan REE. Mg memiliki kemampuan untuk membuat solusi padat

---

dengan banyak elemen termasuk Al, Zn, Ca dan Sr karena ukuran atomnya (sekitar 320 nm) dan sistem tertutup rapat heksagonal. Jumlah elemen paduan juga disesuaikan untuk mendapatkan kinerja mekanik terbaik sebagai implan biomedis (Bornapour dkk, 2014). Sifat mekanik dari berbagai macam paduan magnesium dapat dilihat pada Tabel 2.2.

### 2.6.3 Sifat Biologis

Mg adalah salah satu elemen yang penting manusia di mana ia terlibat dalam sejumlah besar reaksi enzimatik. Dilaporkan bahwa Mg juga berperan dalam proses sintesis protein dan asam nukleat, stabilisasi membran plasma dan banyak aktivitas seluler lainnya. Lebih dari 50% jumlah Mg didalam tubuh manusia ada di dalam jaringan tulang. Jaringan lunak mengandung 35-40% dari konten ini dan kurang dari 1% diasingkan dalam serum. Unsur Mg, yang disimpan dalam tulang, bertindak sebagai penampung untuk perubahan akut kadar serum Mg. Ion bivalen  $Mg^{2+}$  memiliki peran penting dalam menentukan kerapuhan tulang. Juga, diketahui bahwa ion  $Mg^{2+}$  terjadi dalam proses transformasi tulang yang belum matang menjadi tulang yang matang. Kadar ion Mg dalam mineral tulang adalah sekitar 6 mol% tetapi kandungan ini menurun selama proses pematangan tulang. Jaringan tulang dan tulang yang belum matang mengandung konsentrasi ion  $Mg^{2+}$  yang tinggi tetapi konsentrasi ini berubah tergantung pada usia. Selain itu, keberadaan Mg dalam komposisi tulang meningkatkan elastisitas tulang (Walker dkk, 2014).

Efek Mg pada pembentukan tulang diselidiki dalam penelitian sebelumnya. Kehadiran Mg memiliki efek signifikan pada diferensiasi sel osteoblastik. Pembentukan tulang di sekitar dan di atas implan Mg terdegradasi membuktikan efeknya pada percepatan penyembuhan tulang. Degradasi Mg menyebabkan pelepasan ion  $Mg^{2+}$  ke jaringan di sekitarnya yang mengakibatkan stimulasi sel lokal terhadap pembentukan tulang. Juga, terbukti

---

bahwa gas hidrogen yang dilepaskan selama proses degradasi Mg dan paduannya dapat ditoleransi oleh tubuh manusia. Namun, jumlah pelepasan gas hidrogen yang tinggi dapat menyebabkan komplikasi pada periode penyembuhan. Dengan demikian, laju korosi Mg harus dikontrol untuk mengurangi risiko akumulasi gas. Jumlah gas yang dikeluarkan dari situs implantasi juga tergantung pada daerah yang diimplan dan aliran darah yang tersedia (Chaya dkk, 2015).

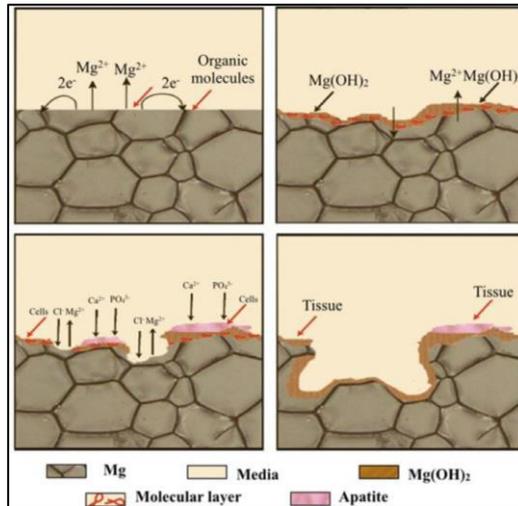
## 2.7 Degradasi Magnesium

Korosi Mg dan paduannya merupakan proses elektrokimia. Diketahui bahwa proses ini bereaksi dalam lingkungan *aqueous*, berbeda dari proses oksidasi di udara. Mekanisme korosi Mg dalam lingkungan berair dapat dijelaskan dengan reaksi-reaksi berikut (Bornapour dkk, 2014):



Jumlah gas hidrogen yang tinggi selama reaksi anodik menghasilkan penurunan kecepatan reaksi katodik yang dikenal sebagai fenomena efek perbedaan negatif. Pembentukan lapisan pelindung dengan skala sedang selama reaksi katodik menurunkan laju reaksi katodik. Namun, lapisan pelindung ini tidak cukup kuat. Oleh karena itu, mereka rusak sebelum polarisasi anodik dimulai. Perilaku degradasi Mg dan paduannya dipengaruhi oleh berbagai parameter seperti lingkungan berair, komposisi, struktur, struktur permukaan, elemen paduan, pengotor, fase sekunder, dan metode pembuatan. Mg dan paduannya menunjukkan perilaku yang tidak terduga dalam lingkungan fisiologis karena adanya oksigen terlarut, protein, asam amino, ion klorida dan hidroksida (Gambar

2.3). Adsorpsi asam amino, protein dan lipid di permukaan mengubah tingkat degradasi Mg dan paduannya. (Tahmasebifar, 2015).



**Gambar 2.3** Mekanisme Degradasi Mg Secara in Vivo  
(Tahmasebifar, 2015)

## 2.8 Polimer *Biodegradable* Untuk Aplikasi Biomedis

Polimer yang dapat terdegradasi adalah bahan pilihan dalam sejumlah aplikasi biomedis utama, termasuk pelapis antibakteri, jahitan bedah, sistem pengiriman obat, perangkat fiksasi dan komponen penggantian jaringan. Selain itu, pelapis polimer telah dikenal luas sebagai sarana yang layak untuk mengendalikan dan mengarahkan respons sel, seperti adhesi, proliferasi, dan diferensiasi. Oleh karena itu, paduan Mg dengan lapisan polimer yang dapat terbiodegradasi menunjukkan prospek yang menjanjikan karena kemampuan degradasinya (Blacklock dkk, 2010), berikut ini adalah beberapa polimer *biodegradable* yang sering digunakan.

Secara umum polimer *biodegradable* diaplikasikan sebagai lapisan anti korosi pada implan ortopedi. Biasanya, bahan polimerik ini meningkatkan ketahanan korosi logam berbasis Mg dengan mengisolasi perangkat dari lingkungan fluidik dan korosif dari tubuh. Sifat biokompatibel polimer sangat penting karena keberadaannya di antarmuka implant dan lingkungan tubuh yang dapat menimbulkan respons imunologi. Oleh karena itu, memilih lapisan polimer yang tepat sangat penting dalam meningkatkan ketahanan korosi dan biokompatibilitas logam ortopedi, termasuk Mg dan paduannya. Ada beberapa keuntungan dari polimer karena mereka dapat dengan mudah dimodifikasi secara kimia, fisik dan mekanis, memungkinkan penggunaannya dalam berbagai aplikasi biomedis. Poliester alifatik sintesis seperti poli asam laktat (PLA), asam polico- laktat-glikolat (PLGA), polikaprolakton (PCL), polietilenin (PEI) dan banyak polimer lain telah digunakan dalam berbagai aplikasi biomedis.

**Tabel 2.3** Sifat-sifat Material Polimer Biodegradable  
(Tan dkk, 2013)

Polimer	Titik Leleh (°C)	Glass Transition Temperature (°C)	Tensile Modulus (GPa)	Degradation Time (month)
PLA	173-178	60-65	1.5-2.7	12-18
PGA	225-230	35-40	5-7	3-4
PCL	58-63	60-65	0.4-0.6	>24
PLGA (50-50)	<i>Amorphous</i>	50-55	1.4-2.8	3-6

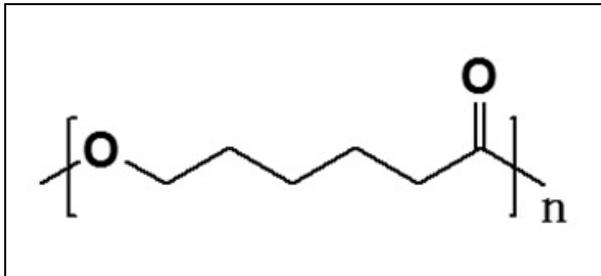
Bahan polimerik ini adalah pelapis yang menarik pada Mg dan paduannya untuk mengontrol laju awal degradasi, karena laju degradasi mereka didasarkan pada berat molekulnya. Secara khusus, asam laktat dan glikolat berdasarkan polimer seperti PLA dan PGA, telah dipelajari secara ekstensif (Degner dkk, 2013).

---

Tabel 2.3 menunjukkan sifat beberapa polimer biodegradable. Karakterisasi termal, mekanik dan nilai degradasi bergantung pada distribusi stereoisomer dalam rantai polimer.

### 2.8.1 PCL Sebagai Polimer *Biodegradable*

Polikaprolakton (PCL) (Gambar 2.4) biasa disebut sebagai Poliester yang dapat terbiodegradasi, yang memiliki sifat fisikokimia yang sangat baik termasuk biodegradabilitas, biokompatibilitas, stabilitas struktural, titik leleh rendah dan kinerja mekanik fleksibel. Sehubungan dengan degradasi PCL, ada dua jenis, hidrolitik dan enzimatik, keduanya menghasilkan kelompok karboksil yang mengandung oligomer.



**Gambar 2.4** Struktur PCL (Li dkk, 2018)

Degradasi melalui degradasi hidrolitik terjadi terutama di sebagian besar material, sedangkan degradasi enzimatik mendukung erosi. Selain itu, sifat bersahabat PCL, kemudahan untuk membuat dan sifat yang dapat disesuaikan membuatnya sangat menarik untuk penggantian cangkuk tulang dan aplikasi rekayasa jaringan. Keuntungan tambahan PCL adalah dapat menghambat evolusi gas pada logam dasar dan meningkatkan kontak implan tulang. Oleh karena itu, PCL dianggap sebagai kandidat yang menjanjikan sebagai bahan pelapis untuk mengontrol laju degradasi dan kekuatan mekanik. Selain itu, bahan ramah lingkungan PCL telah disetujui oleh FDA dan secara

---

ekstensif dipelajari untuk bidang biomedis. Terlepas dari semua kelebihanannya, beberapa peneliti telah menggunakan pelapis PCL tunggal pada paduan Mg untuk meningkatkan ketahanan terhadap degradasi (Li dkk, 2018). Tabel 2.4 adalah beberapa sifat-sifat dari polikaprolakton.

**Tabel 2.4** Sifat Fisis PCL (Park dkk, 2013)

1% Secant Modulus (psi)	50000
Elongation (%)	-759
Yield Stress (psi)	1600
Tensile Strenght (psi)	3500
Melting Point (°C)	63
Degradation Time (months)	>24
Density (g/cm <sup>3</sup> )	1.149

## 2.9 *Plasma Electrolytic Oxidation (PEO)*

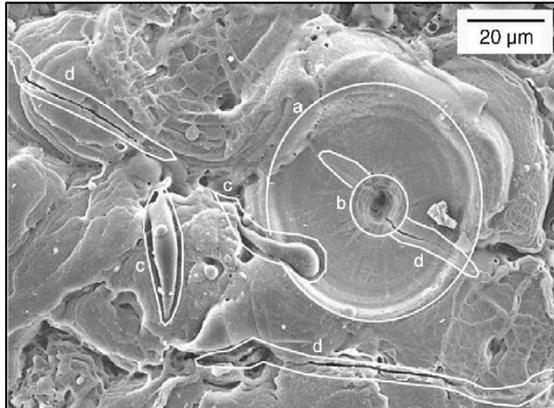
*Plasma Electrolytic Oxidation (PEO)*, juga dikenal sebagai *Micro Arc Oxidation (MAO)*, *Spark Anodising* dan Oksidasi Mikroplasma, adalah teknik pelapisan untuk permukaan logam seperti aluminium, magnesium dan titanium yang memberikan lapisan oksida. Ketebalan lapisan ini dapat berkisar dari puluhan hingga ratusan mikron, tergantung pada catu daya, substrat, dan elektrolit yang digunakan. Proses ini diketahui melibatkan sejumlah besar percikan berumur pendek (pelepasan listrik), yang disebabkan oleh *breakdown* listrik yang terlokalisasi dari lapisan yang tumbuh. Pelepasan ini memberikan peran penting dalam mekanisme pertumbuhan pelapisan (Dunleavy dkk, 2009).

### 2.9.1 Proses PEO

Logam seperti aluminium secara alami membentuk lapisan oksida pasif yang memberikan perlindungan moderat terhadap korosi. Lapisan sangat melekat pada permukaan logam, dan akan tumbuh kembali dengan cepat jika tergores. Dalam anodisasi konvensional, lapisan oksida ini ditanam pada permukaan logam

---

dengan aplikasi potensial listrik, sedangkan bagian direndam dalam elektrolit asam.

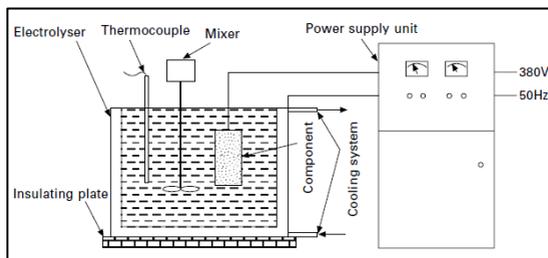


**Gambar 2.5** Morfologi Permukaan Material yang Dilapisi dengan Metode PEO (Curran dkk, 2005)

Dalam oksidasi elektrolit plasma, potensi yang lebih tinggi diterapkan. Misalnya, dalam oksidasi elektrolit plasma aluminium, setidaknya 200 V harus diterapkan. Ini secara lokal melebihi potensi kerusakan dielektrik film oksida yang sedang tumbuh, dan terjadi pelepasan. Pelepasan ini menghasilkan reaksi plasma lokal, dengan kondisi suhu dan tekanan tinggi yang memodifikasi oksida yang tumbuh. Proses meliputi peleburan, aliran leleh, re-solidifikasi, sintering dan densifikasi oksida yang sedang tumbuh. Salah satu efek yang paling signifikan, adalah bahwa oksida dikonversi sebagian dari alumina amorf menjadi bentuk kristal seperti korundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) yang jauh lebih sulit. Hasilnya, sifat mekanik seperti ketahanan aus dan ketangguhan ditingkatkan. Hasil dari proses PEO dapat dilihat pada Gambar 2.5 (Curran dkk, 2005).

## 2.9.2 Peralatan PEO dan Sifat Pelapisan

Bagian yang akan dilapisi direndam dalam bak elektrolit yang biasanya terdiri dari larutan alkali encer seperti KOH. Ini terhubung secara elektrik, sehingga menjadi salah satu elektroda dalam sel elektrokimia, dengan yang lain "kontra-elektroda" biasanya dibuat dari bahan lembam seperti stainless steel, dan sering terdiri dari dinding bak itu sendiri. Lebih dari 200 V diterapkan antara kedua elektroda ini. Arus listrik dapat berupa arus searah (DC), atau arus bolak-balik (AC), skema peralatan dari PEO dapat dilihat pada Gambar 2.6



**Gambar 2.6** Skema Peralatan PEO (Jiang dkk, 2010)

Salah satu fitur luar biasa dari pelapisan dengan metode PEO adalah adanya pori-pori mikro dan retakan pada permukaan pelapisan. Pelapis elektrolit oksida plasma umumnya dikenal dengan tingkat kekerasan yang tinggi, ketahanan aus dan ketahanan korosi yang bagus. Namun, sifat pelapisan sangat tergantung pada substrat yang digunakan, serta pada komposisi elektrolit dan listrik yang digunakan (Ibrahim dkk, 2017).

Bahkan pada aluminium, sifat pelapisan dapat sangat bervariasi sesuai dengan komposisi paduan yang tepat. Sebagai contoh, pelapisan yang paling sulit dapat dicapai pada paduan aluminium seri 2XXX, di mana proporsi tertinggi dari fase kristal korundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) terbentuk, menghasilkan kekerasan  $\sim 2000$

---

HV, sedangkan pelapisan pada seri 5XXX memiliki tingkat kekerasan yang lebih lunak (Dunleavy dkk, 2009).

### **2.10 Post-Treatment PEO**

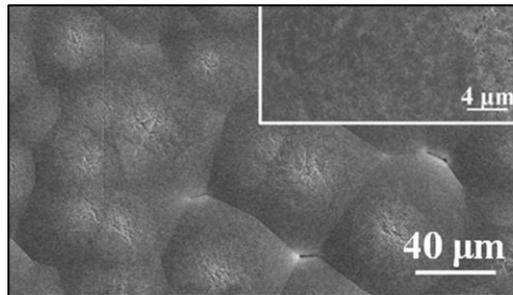
PEO beroperasi pada mode arus langsung, bolak-balik, unipolar atau bipolar dalam kisaran tegangan 400-1000 V. Umumnya menggunakan larutan basa, meskipun elektrolit asam juga dapat digunakan. Selama proses pelapisan, pelepasan mikro plasma dihasilkan pada *interface* substrat-elektrolit karena pemecahan dielektrik oksida permukaan yang terbentuk pada tahap awal proses. Di lokasi pembuangan mikro, reaksi termokimia yang dibantu oleh plasma berlangsung yang produknya memadat dengan saluran pembuangan dengan laju pendinginan yang sangat tinggi ( $108\text{K s}^{-1}$ ), yang mengarah pada pembentukan fase dengan temperature yang tinggi dan senyawa yang dapat larut yang mengandung unsur-unsur dari keduanya baik itu substrat dan elektrolit. Pelapisan PEO biasanya memiliki struktur berlapis yang terdiri dari skala nanometre (100-600 nm) lapisan penghalang dalam yang padat dan lapisan luar yang tebal (5-100  $\mu\text{m}$ ) dengan lapisan porositas yang bervariasi.

Meskipun morfologi lapisan penghalang sulit untuk dimodifikasi, ketebalan, porositas dan komposisi lapisan luar dapat disesuaikan seperti yang diperlukan untuk aplikasi spesifik. Fleksibilitas semacam itu adalah salah satu kelebihan utama teknik ini karena memungkinkan untuk digunakan dalam berbagai aplikasi. Misalnya, pelapis berpori biasanya lebih disukai dalam biomaterial, karena mereka mempromosikan adhesi sel, sementara lapisan padat, kompak dan impermeable diinginkan untuk mencegah korosi (Mingo dkk, 2018).

Namun, strategi ini tidak selalu memberikan perlindungan yang cukup terhadap korosi di lingkungan agresif karena porositas yang melekat pada pelapis PEO memungkinkan penetrasi zat korosif, yang akhirnya akan mencapai substrat logam. Oleh karena itu, penerapan *post treatment* disesuaikan dari proses penyegelan yang digunakan dalam anodisasi saat ini menjadi strategi yang

---

sedang dikembangkan untuk meningkatkan ketahanan korosi jangka panjang dari pelapis PEO. *Post treatment* yang paling sederhana adalah perendaman spesimen yang dilapisi PEO dalam air mendidih. Peningkatan ketahanan korosi dari pelapisan PEO pada paduan magnesium terjadi karena pemblokiran parsial lapisan porositas oleh hidroksida dan oksida yang terbentuk di pori-pori. Berdasarkan prinsip yang sama, berbagai jenis perendaman *post treatment* telah dilakukan dengan menggunakan larutan yang berbeda. Sebagai contoh, pencelupan dalam larutan berair dari berbagai garam memberikan perlakuan yang sederhana dan ekonomis berdasarkan pembentukan senyawa dengan kelarutan yang rendah, yang akan mengendap menjadi pori-pori dan celah-celah lapisan, sehingga menghambat jalur untuk zat korosif masuk (Song, 2009). Berbagai jenis larutan telah berhasil diaplikasikan sebagai *post treatment* dari proses PEO, termasuk fosfat, silikat, hidroksiapatit atau senyawa berbasis tanah jarang (Mingo dkk, 2018).



**Gambar 2.7** Morfologi Permukaan PEO/PCL pada Material AZ31 (Tian dkk, 2016)

Pada aplikasi implan tulang menggunakan teknologi pelapisan dengan metode PEO, pada umumnya pelapis PEO biasanya digunakan dalam aplikasi praktis setelah *post treatment*, dan pelapisan komposit yang terbentuk menunjukkan ketahanan korosi yang lebih baik. Poli (l-laktat asam) (PLLA) yang dapat terurai secara hayati telah digunakan untuk menutup lapisan PEO

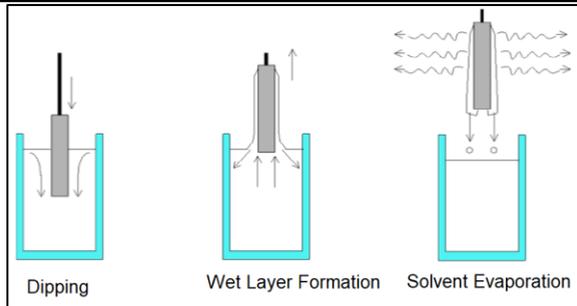
---

untuk membentuk lapisan komposit PEO / PLLA pada paduan (Guo dkk, 2012). Lapisan komposit PEO / PLLA telah menunjukkan perlindungan yang baik untuk substrat magnesium dan telah menunjukkan biokompatibilitas yang baik. Dibandingkan dengan PLLA, polikaprolakton (PCL) memiliki tingkat degradasi yang lebih lambat dan juga telah diterapkan sebagai lapisan permukaan pada paduan magnesium. Namun, seperti polimer biodegradable lainnya, PCL juga kekurangan bioaktivitas untuk menginduksi pembentukan hidroksiapatit pada permukaannya. Polydopamine dapat mematuhi berbagai substrat dengan kekuatan adhesi yang tinggi dan dapat meningkatkan bioaktivitas permukaannya untuk menginduksi pembentukan hidroksiapatit dalam *Simulated Body Fluid* atau SBF (Xie dkk, 2013). Gambar 2.7 menunjukkan morfologi permukaan dari material yang telah melalui tahap *post treatment*.

### 2.11 *Dip Coating*

*Dip coating* adalah salah satu metode pelapisan yang sering digunakan, misalnya, untuk memproduksi produk massal seperti kain dan pelapis khusus misalnya di bidang biomedis. *Dip coating* juga umum digunakan dalam penelitian akademik, di mana banyak proyek penelitian teknik kimia dan nanomaterial menggunakan teknik coating dip untuk membuat lapisan tipis.

Produk akhir dapat menggabungkan substrat dan pelapis, atau pelapis dapat dikupas untuk membentuk suatu objek yang hanya terdiri dari lapisan yang dikeringkan atau dipadatkan, seperti dalam kasus kondom. Sebagai alternatif yang populer untuk *Spin coating*, metode dip-coating sering digunakan untuk menghasilkan film tipis dari prekursor sol-gel untuk tujuan penelitian, di mana umumnya digunakan untuk menerapkan film ke substrat datar atau silinder.



**Gambar 2.8** Tahapan dalam proses *dip coating* (Bera dkk, 2016)

Gambar 2.8 menunjukkan tahapan-tahapan dari proses pencelupan. Proses pelapisan celup dapat dipisahkan menjadi lima tahapan yaitu sebagai berikut:

- Perendaman: Substrat direndam dalam larutan bahan pelapis dengan kecepatan konstan.
- Start-up: Substrat tetap berada di dalam solusi untuk sementara waktu dan mulai ditarik ke atas.
- Deposisi: Lapisan tipis menempel pada substrat saat ditarik ke atas. Penarikan dilakukan dengan kecepatan konstan untuk menghindari kegelisahan. Kecepatan menentukan ketebalan lapisan (penarikan lebih cepat memberi bahan lapisan lebih tebal).
- Drainase: Cairan berlebih akan mengalir dari permukaan.
- Evaporasi: Pelarut menguap dari cairan, membentuk lapisan tipis. Untuk pelarut yang mudah menguap, seperti alkohol, penguapan sudah dimulai selama tahap pengendapan dan drainase.

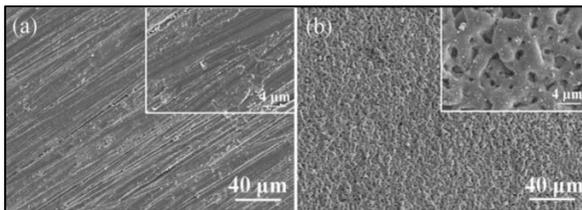
Dalam proses yang berkelanjutan, langkah-langkah dilakukan secara langsung setelah satu sama lain. Banyak faktor yang berpengaruh untuk menentukan keadaan akhir dari lapisan.

Berbagai macam struktur dan ketebalan film pelapis celup yang dapat diulang dapat dibuat dengan mengendalikan banyak faktor: fungsi permukaan substrat awal, waktu perendaman, kecepatan penarikan, jumlah siklus pencelupan, komposisi larutan, konsentrasi dan suhu, jumlah solusi dalam setiap pencelupan urutan, dan kelembaban lingkungan. Teknik pelapisan celup dapat memberikan film yang seragam dan berkualitas tinggi bahkan pada bentuk yang besar dan rumit. (Rahaman, 2007)

## 2.12 Penelitian Sebelumnya

### 2.12.1 PEO Coating

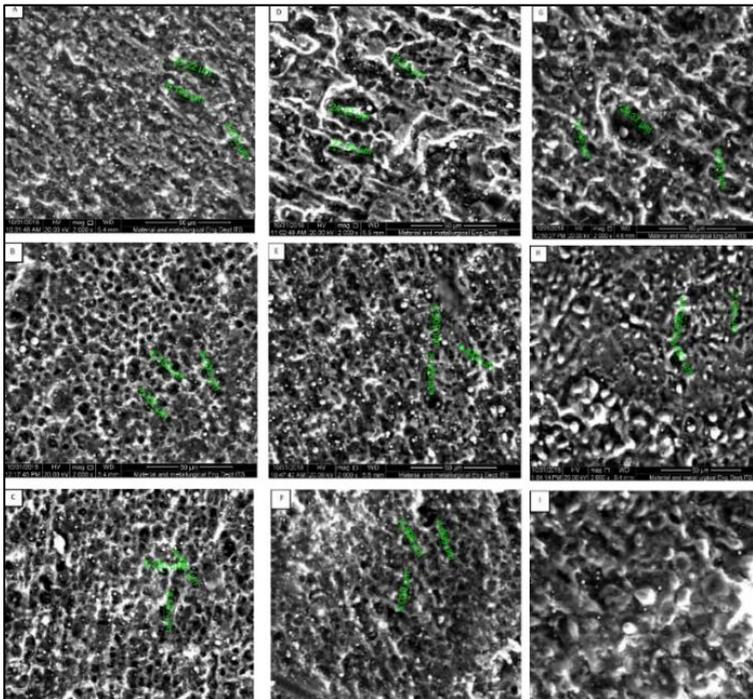
Penelitian yang melibatkan pelapisan menggunakan PEO untuk paduan magnesium AZ31 sebagai implant tulang pernah dilakukan oleh Tian dkk. Pada tahun 2015. Pelapisan PEO dilakukan pada paduan AZ31 oleh peralatan PEO (Pulsetech, Cina) dalam elektrolit yang mengandung 0,04 M  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 0,1 M KOH dan 0,2 M  $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .



**Gambar 2.9** Morfologi Permukaan (a) Paduan AZ31 dan (b) Paduan AZ31 dilapisi menggunakan metode PEO (Tian dkk, 2015)

Gambar 2.9 menunjukkan hasil dari uji mikroskopi menggunakan SEM yang menampilkan hasil morfologi permukaan dari paduan AZ31 (Gambar 2.9a) dan paduan AZ31 yang telah dilapisi oleh PEO (Gambar 2.9b). Kemudian kedua sampel tersebut diuji kembali di dalam *Simulated Body Fluid* atau SBF selama 28 hari untuk mendapatkan laju korosi. Data dari pengujian yang

dilakukan tersebut menunjukkan bahwa sampel yang dilapisi PEO memiliki laju korosi yang lebih rendah apabila dibandingkan dengan paduan magnesium AZ31 yang tidak dilindungi oleh pelapisan PEO. Namun seiring berjalanya waktu laju korosi dari material yang dimiliki oleh spesimen yang dilapisi oleh PEO naik sedikit demi sedikit. Hal ini dikarenakan oleh permukaan pelapisan yang memiliki poros-poros yang memberikan jalan masuk untuk zat korosif.



**Gambar 2.10** Hasil SEM Morfologi Permukaan Spesimen PEO dengan Variasi Tegangan, Waktu Oksidasi A)400V,5 Menit, B)400V,10 Menit, C)400V,15 Menit, D)450V,5 Menit, E)450V,10 Menit, F)450V,15 Menit, G)500V,5 Menit, H)500V,10 Menit, I)500V,15 Menit Perbesaran 2000X (Muafa, 2019)

---

Pada tahun 2019, Fikri Muafa melakukan penelitian yang serupa tentang pelapisan paduan Mg AZ31 menggunakan metode PEO. Penelitian tersebut dilakukan pada elektrolit berupa larutan alkali larutan  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  0,6 g/L dan KOH 1,2g/L, untuk beda potensial yang di gunakan sebagai variasi adalah 400V,450V,500V dengan waktu oksidasi 5 menit,10 menit dan 15 menit pada setiap variable beda potensial. Dari pengujian yang telah dilakukan, didapatkan hasil morfologi permukaan seperti pada Gambar 2.10.

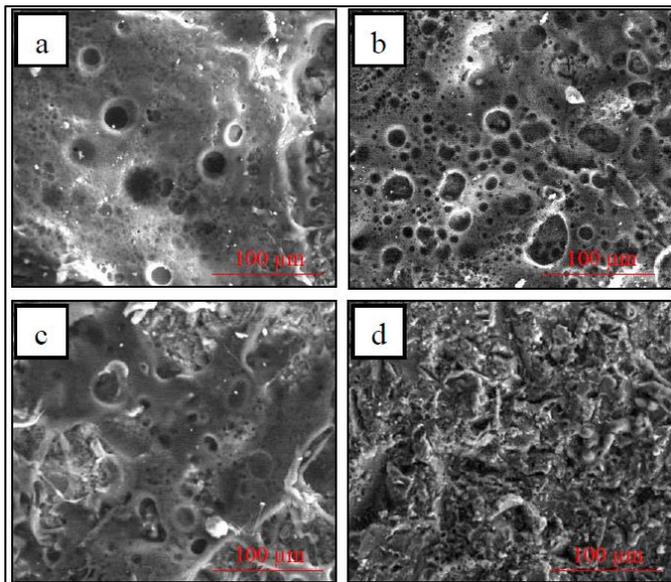
Pada Gambar 2.10 dapat diamati morfologi permukaan dari hasil PEO yang menunjukkan penampakan dari morfologi magnesium oksida dengan jumlah pori dengan ukuran mikro yang beragam, persebaran dari pori tersebut dipengaruhi oleh perbedaan potensial yang memberikan intensitas *spark* yang beragam sehingga memengaruhi ukuran pori pada lapisan, namun juga berkorelasi terhadap waktu oksidasi dimana semakin lama waktu oksidasi maka semakin kecil juga pori yang muncul. Pembesaran ukuran pada pori berbanding lurus dengan peningkatan beda potensial yang diberikan. Yang dimana pernyataan ini sesuai dengan hasil yang didapatkan yaitu persebaran pada pori semakin terlihat pada beda potensial yang lebih tinggi dan waktu yang lebih lama akan memperkecil ukuran pori. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan ukuran pori paling kecil pada spesimen dengan variasi 500V, 15 menit dengan rata-rata ukuran pori sebesar 4.71  $\mu\text{m}$ . Dari pengujian dengan SBF yang dilakukan untuk tiap sampel dari masing-masing variabel didapatkan laju degradasi yang paling lambat adalah sampel dengan perlakuan 500V,15 menit dan 500V,10 menit dengan perbedaan laju degradasi yang tidak berbeda jauh (Fikri Muafa, 2019).

### **2.12.2 PCL Coating**

Penelitian tentang pelapisan menggunakan PCL dilakukan oleh Hidayat pada tahun 2018. Pada penelitian tersebut material yang digunakan adalah paduan Mg-5%Zn. Dikarenakan paduan Mg – 5%Zn ini masih belum memenuhi syarat untuk digunakan sebagai implant *biodegradable*, diperlukan sebuah proses tambahan agar laju degradasi dapat lebih rendah dengan cara

---

menambahkan PCL sebagai pelapis dari material tersebut. *Polikaprolakton* (PCL) digunakan sebagai material pelapisan dengan konsentrasi 2; 2,5; 3 dan 3,5 % (w/v) yang di lapiskan dengan menggunakan metode *spray coating*. Morfologi permukaan sampel setelah dilapisi oleh PCL kemudian diamatin dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* yang dimana hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2.11

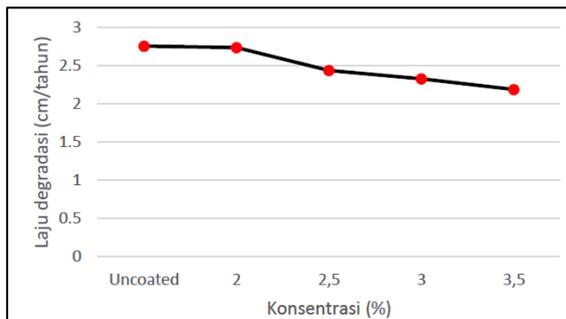


**Gambar 2.11** Morfologi Permukaan Paduan Mg – 5%Zn Setelah dilapisi PCL (a) 2% (w/v) (b) 2,5% (w/v) (c) 3% (w/v) (d) 3,5% (w/v) Perbesaran 1000x (Hidayat, 2018)

Dari Gambar 2.11 didapatkanlah kesimpulan bahwa konsentrasi dari PCL akan memberi pengaruh terhadap ukuran dari poros yang terbentuk, yaitu poros akan semakin kecil apabila konsentrasi dari PCL semakin tinggi. Poros dengan ukuran yang berbeda dapat dibuat dengan mengubah konsentrasi dari PCL yang digunakan dalam peralatan penyemprotan. Proses pemindahan fasa

adalah hal yang menyebabkan terbentuknya poros pada permukaan pelapisan. Dimana penguapan pelarut dalam larutan polimer bertindak sebagai kekuatan pendorong untuk proses pemisahan fasa karena polimer tidak stabil secara termodinamik. Keberadaan porositas pada implant *biodegradable* adalah suatu hal yang penting, karena akan memudahkan jaringan tulang yang baru untuk tumbuh dan dapat mengurangi kekuatan mekanik dari implan tersebut agar tidak terlalu jauh berbeda dengan kekuatan mekanik dari tulang manusia.

Sampel yang telah didapatkan kemudian diuji dengan *Simulated Body Fluid* untuk mengetahui laju degradasi pada paduan tersebut. Gambar 2.12 menampilkan data yang didapatkan dari hasil pengujian *Simulated Body Fluid*.



**Gambar 2.12** Grafik Nilai Rata – Rata *Degradation Rate* Sebelum dan Setelah *Coating* dengan Variasi Konsentrasi PCL (Hidayat, 2018)

Dari Gambar tersebut dapat diambil kesimpulan bahwa semakin tinggi konsentrasi PCL yang diberikan sebagai lapisan kepada paduan maka nilai laju degradasi dari paduan tersebut akan semakin rendah. Peningkatan ketahanan korosi juga dipengaruhi oleh ketebalan lapisan, yang dimana semakin tebal lapisan maka poros juga akan semakin mengecil, hal ini berkaitan dengan dengan penetrasi ion secara cepat pada sampel yang memiliki poros lebih besar dan lapisan yang lebih tipis. Dari hal tersebut

---

diambil kesimpulan bahwa lapisan PCL bertindak sebagai lapisan penghalang ionic yang membatasi transfer massa sehingga memperlambat laju degradasi (Hidayat, 2018).

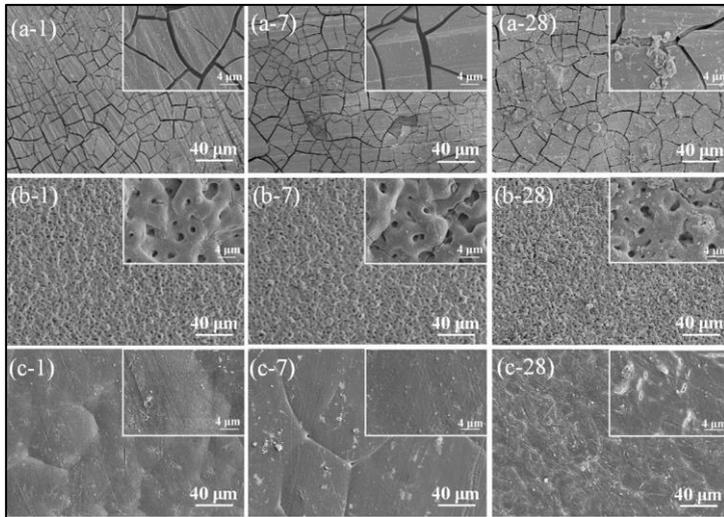
### 2.12.3 PCL Sebagai *Post-Treatment*

Tian dkk. Pada tahun 2016 melakukan sebuah penelitian mengenai pelapisan PCL sebagai *seal treatment* atau *post treatment* untuk pelapisan dengan metode PEO. Material yang digunakan adalah paduan magnesium AZ31 yang dipotong dengan dimensi 10mm x 10mm x 2mm yang kemudian di haluskan permukaanya menggunakan kertas SiC pada grade 1000 untuk menghilangkan pengotor maupun zat lainnya yang berpotensi mengkontaminasi specimen tersebut. Setelah itu spesimen dibersihkan lagi menggunakan *ultrasonic cleaning* dengan acetone dan ethyl sebagai larutannya sebelum dilanjutkan ke tahap pelapisan menggunakan PEO. Lapisan PEO dibuat pada paduan AZ31 menggunakan peralatan PEO (Pulsetech, Cina) dalam larutan elektrolit yang mengandung 0,04 M  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 0,1 M KOH dan 0,2 M  $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Proses PEO dilakukan dengan kerapatan arus konstan 50 mA /  $\text{cm}^2$ , frekuensi 300 Hz dan siklus kerja 10% selama 15 menit.

Untuk pembuatan lapisan komposit PEO / PCL, sampel PEO direndam dalam larutan diklorometana PCL 5%. Karena diklorometana diuapkan semalaman di bawah kondisi kelembaban 30% dan 25 ° C, sisa PCL membentuk lapisan dan secara efektif menyegel Lapisan PEO. Dengan cara ini, pelapis PEO / PCL berhasil dibuat pada paduan AZ31 (sampel yang diperoleh dilambangkan sebagai PEO / PCL). Morfologi permukaan dari paduan magnesium AZ31, PEO, dan PEO/PCL dapat dilihat pada Gambar 2.13. Apabila dibandingkan dengan material paduan magnesium AZ31 (Gambar 2.13a), sampel yang dilapisi oleh PEO menunjukkan permukaan yang memiliki struktur berporos dengan poros mikro yang sangat banyak jumlahnya (Gambar 2.13b). Poros-poros ini didapatkan dari gas emisi yang terjadi saat pelepasan *micro-arc* pada proses PEO. Poros yang terbentuk ini

---

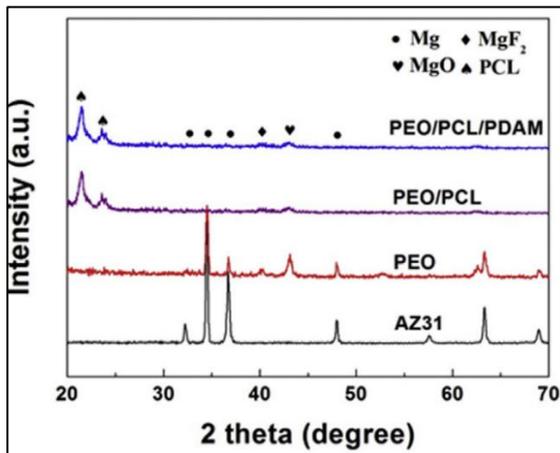
dapat memengaruhi ketahanan korosi dari lapisan PEO yang terbentuk karena poros-poros tersebut memberikan jalan masuk zat korosif untuk masuk dan menembus bagian yang paling inti dari substrat. Setelah *post-treatment* dari PCL, komposit lapisan PEO/PCL yang terbentuk menampilkan permukaan yang jauh lebih rata (Gambar 2.13c). Dengan penyegelan lapisan PEO menggunakan PCL Komposin PEO/PCL bisa diharapkan untuk memiliki ketahanan korosi yang lebih bagus. Setelah penambahan polydopamine, lapisan komposit tidak menunjukkan perubahan yang signifikan, hanya dengan penambahan adanya partikel polydopamine pada morfologi permukaannya.



**Gambar 2.13** Tampilan Permukaan Paduan (a) AZ31, (b) PEO, (c) PEO / PCL Setelah Diredam dalam SBF Selama 1 (i-1), 7 (i-7) dan 28 (i-28) Hari (Tian dkk, 2016)

Pola XRD dari AZ31, PEO, dan PEO/PCL dapat dilihat pada Gambar 2.14. Pada pola XRD paduan magnesium AZ31, didapatkan karakteristik *peak* dari material tersebut adalah Mg (JCPDS #35-0821), sedangkan *peak* MgO (JCPDS #45-0946) dan

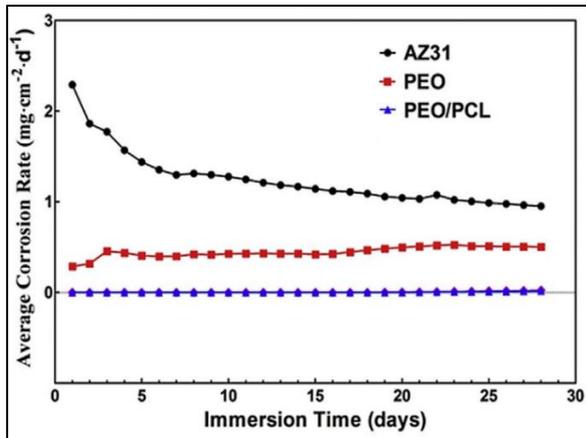
MgF<sub>2</sub> (JCPDS #41-1443) muncul pada sampel yang dilapisi dengan menggunakan proses PEO, yang mengindikasikan pembentukan dari MgO yang ter-kristalisasi dan MgF<sub>2</sub>, yang bisa dihubungkan dengan partisipasi dari ion SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, OH<sup>-</sup>, dan F<sup>-</sup> pada formasi lapisan. Berbeda dengan sampel yang dilapisi oleh PEO dan PCL. Mg, MgO, dan MgF<sub>2</sub> Hampir tidak terdeteksi melainkan puncak yang terdeteksi adalah karakteristik dari PCL, yang mengindikasikan bahwa PCL secara maksimal melapisi lapisan PEO dari lingkungan sekitarnya.



**Gambar 2.14** Pola XRD dari Paduan AZ31, PEO, dan PEO/PCL (Tian dkk, 2016)

Hampir mirip dengan penelitian sebelumnya, kemudian sampel tersebut diuji kembali di dalam *Simulated Body Fluid* atau SBF selama 28 hari untuk mendapatkan laju korosi. Data dari pengujian yang dilakukan tersebut menunjukkan bahwa sampel yang dilapisi PEO dan diberi *post-treatment* berupa pelapisan PCL memiliki laju degradasi yang lebih rendah dan konstan daripada sampel yang tidak terlapisi dan hanya dilapisi oleh metode PEO. Hal ini dikarenakan sampel yang dilapisi oleh PCL menutupi pori-pori yang dimiliki oleh lapisan yang menggunakan pelapisan

menggunakan PEO sehingga tidak ada zat korosif yang bisa masuk kedalam inti substrat. Hasil pengujian SBF dapat dilihat pada Gambar 2.15.

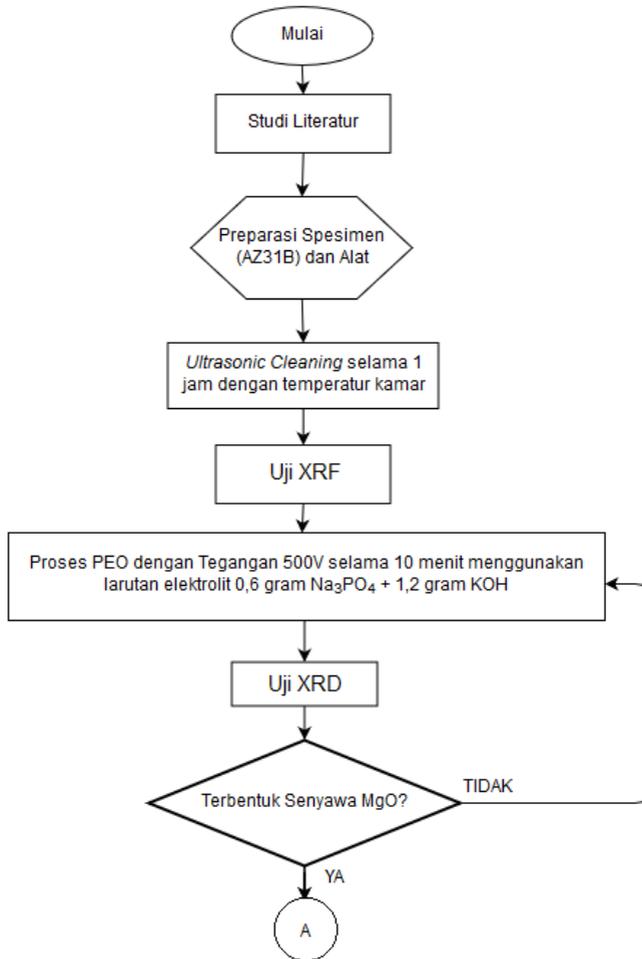


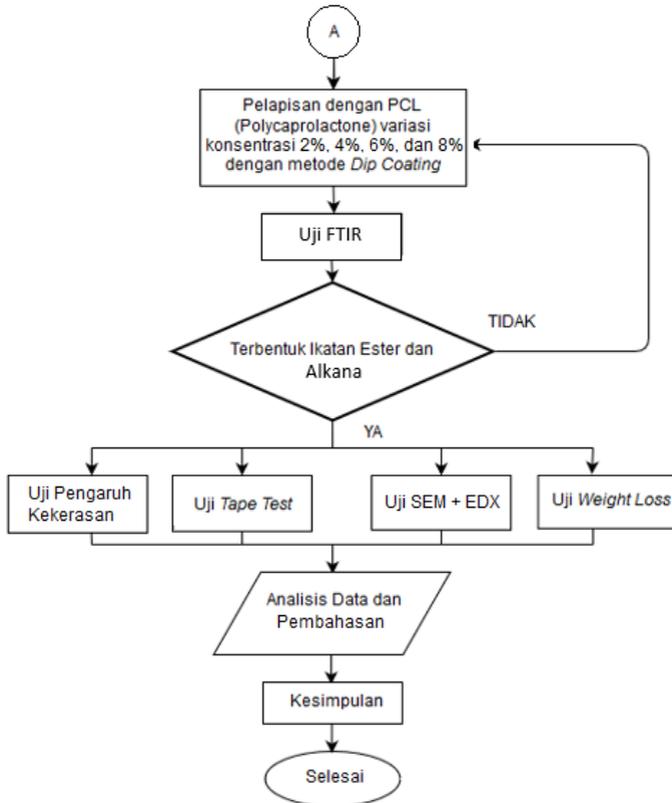
**Gambar 2.15** Laju Degradasi dari Paduan AZ31, PEO dan PEO/PCL dari Hasil Pengujian SBF (Tian dkk, 2016)

Dari penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan lapisan PCL sebagai *seal* untuk pori-pori pada permukaan substrat akan sangat memengaruhi laju degradasi dari substrat tersebut dan apabila diaplikasikan sebagai implan tulang akan menambah usia pakai dari implan tersebut. (Tian dkk, 2016). Apabila mengacu pada nilai degradasi per tahun yang ideal untuk aplikasi *orthopedic* nilai degradasi per tahun yang didapat haruslah lebih kecil dari 0,05 cm/tahun agar dapat bertahan paling tidak dua tahun hingga proses rekonstruksi tulang dapat berjalan dengan sempurna (Chen, 2014).

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Diagram Alir Penelitian





**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### 3.2 Metode Penelitian

Metode yang dilakukan pada perancangan penelitian ini adalah:

1. Studi literatur

Metode ini mengacu pada buku, jurnal, paten serta penelitian serupa tentang *biodegradable materials*, *plasma electrolytic oxidation*, penggunaan polimer sebagai lapisan untuk meningkatkan *properties* dengan menggunakan

---

metode *spray coating* baik pengetahuan maupun penerapannya yang telah dilakukan pada penelitian-penelitian sebelumnya.

2. Diskusi

Pada tahapan ini dilakukan diskusi untuk menambah wawasan agar lebih memahami permasalahan dan solusi pada penelitian. Diskusi ini dilakukan dengan pihak – pihak terkait pada penelitian ini.

3. Eksperimental

Metode ini sesuai dengan prosedur metode yang ada, yaitu metode *plasma electrolytic oxidation*, *spray coating*, pengujian SEM, pengujian XRD, pengujian SBF, pengujian adhesi dan pengujian lain yang diperlukan.

### 3.3 Peralatan dan Proses Penelitian

#### 3.3.1 Preparasi Sampel

Material yang digunakan pada penelitian ini adalah paduan magnesium AZ31B. Paduan ini dipilih karena merupakan paduan yang memiliki kandungan Aluminium yang rendah sehingga AZ31B dianggap paling sesuai sebagai material *biodegradable*. Komposisi unsur paduan magnesium AZ31B dalam persen adalah sebagai berikut:

**Tabel 3.1** Komposisi paduan magnesium AZ31B (Hilser dkk, 2017)

Element	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Ni	Cu	Rest.
Wt. %	3.100	1.200	0.500	0.100	0.005	0.005	0.050	0.300

Substrat dipotong menjadi balok tipis dengan gerinda mesin dengan ukuran permukaan 25mm x 10mm dengan ketebalan 3mm seperti pada Gambar 3.2.



**Gambar 3.2** Substrat Mg AZ31B

Setelah substrat dipotong, substrat dibersihkan dari kotoran menggunakan kertas gosok hingga *grade* 1200 pada permukaan substrat agar setiap substrat memiliki kekasaran awal yang homogen dan terbebas dari pengotor. Tahapan akhir adalah membersihkan permukaan spesimen menggunakan *ultrasonic cleaner* untuk menghilangkan pengotor yang tersisa seperti pada Gambar 3.3.



**Gambar 3.3** Pembersihan dengan Ultrasonic Cleaner

### 3.3.2 Proses PEO

Proses PEO menggunakan *power supply* dengan tegangan tinggi. *Power supply* yang digunakan adalah *power supply DC*. Spesifikasi *power supply* ini adalah mampu menghasilkan tegangan maksimum 800 V dan arus maksimum 3A. Untuk proses

---

PEO yang dilakukan dengan, tegangan yang digunakan adalah 500 V seperti pada Gambar 3.4.



**Gambar 3. 4** Rangkaian Proses PEO

Larutan yang digunakan untuk PEO pada penelitian ini adalah larutan alkali. Larutan KOH + Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dipilih karena didalam penelitian sebelumnya larutan ini menunjukkan hasil yang optimal dalam meningkatkan ketahanan korosi dari paduan magnesium. Konsentrasi yang digunakan adalah tetap, untuk KOH adalah 1.2 gram dan untuk Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> adalah 0.6 gram.

Untuk membantu pengukuran elektrik, digunakan alat volt meter dan ampere meter. Dalam proses PEO menggunakan prinsip dasar *anodizing*. Anoda berupa substrat itu sendiri (AZ31B) dan katoda yang digunakan berupa *stainless steel* yang juga digunakan sebagai wadah. Pada sistem diberikan pendingin untuk menjaga temperatur elektrolit kurang dari 30 C. Hal ini bertujuan agar elektrolit tidak menguap dengan cepat akibat peningkatan temperatur akibat plasma. Proses dilakukan selama 10 menit. Reaksi elektrokimia yang diharapkan terbentuk yaitu:  
Anoda (Substrat magnesium):

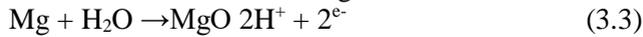
---



Diikuti dengan reaksi antara kation logam dengan ion oksigen:



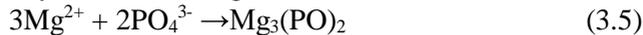
Reaksi total dari oksidasi anodic magnesiumum:



Katoda (wadah stainless steel):



Reaksi senyawa sesuai dengan larutan



### 3.3.3 Proses *Dip Coating*

Dalam proses *coating* yang dilakukan menggunakan polimer berupa *polycaprolactone* (PCL) yang telah dijadikan larutan dengan mencampurkan pelarut *dichloromethane* (DCM) selama 4 jam dengan menggunakan *magnetic stirrer*, konsentrasi PCL yang digunakan adalah 2%, 4%, 6% dan 8% (w/v), setelah itu larutan akan digunakan untuk proses *dip coating*. Berikut adalah Gambar dari proses pelapisan menggunakan *dip coating*



**Gambar 3.5** Proses *Dip Coating*

Substrat direndam ke dalam *beaker glass* berisi larutan polimer dengan kecepatan konstan dan direndam selama 2 menit. Setelah itu substrat ditarik keluar dari wadah dengan kecepatan

yang konstan pula, lalu substrat di biarkan mengering pada temperatur kamar selama 2 menit agar terjadi proses penguapan. Proses ini diulangi sebanyak 7 kali agar lapisan yang terbentuk menjadi lebih padat. Proses *dip coating* dapat dilihat pada Gambar 3.5

### 3.4 Karakterisasi dan Pengujian

#### 3.4.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Spektrometer XRF adalah alat uji yang digunakan untuk analisis unsur yang terkandung dalam bahan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh adanya spektrum unsur pada energi sinar-x karakteristiknya. Sedangkan analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum. Gambar 3.6 menunjukkan alat uji XRF.



**Gambar 3.6** Alat pengujian XRF

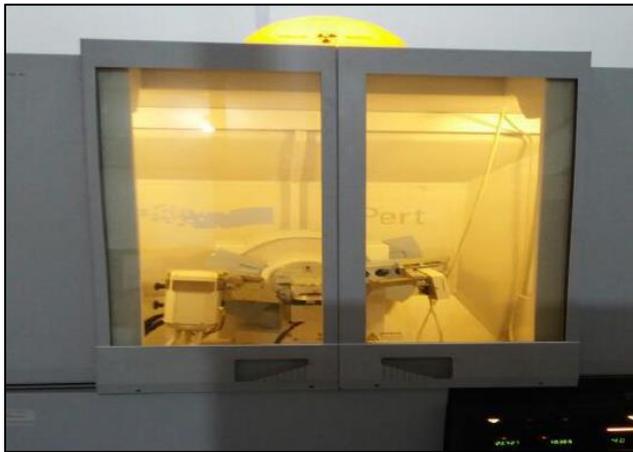
Prinsip kerja alat XRF adalah sebagai berikut : sinar-x fluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dihasilkan dari penyinaran sampel dengan sinar-x primer dari tabung sinar-x ( X-Ray Tube), yang dibangkitkan dengan energi listrik dari

---

sumber tegangan sebesar 1200 volt. Bila radiasi dari tabung sinar-x mengenai suatu bahan maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energy yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar-x karakteristik. Sinar-x karakteristik ini ditangkap oleh detektor diubah ke dalam sinyal tegangan (voltage), diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analyzer untuk diolah datanya. Energi maksimum sinar-x primer (keV) tergantung pada tegangan listrik (kVolt) dan kuat arus ( $\mu$ Ampere). Fluoresensi sinar-x tersebut dideteksi oleh detektor SiLi.

### 3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Difrraction adalah pengujian yang digunakan untuk mengetahui unsur dan senyawa yang terbentuk substrat dan hasil proses PEO dan *spray coating* dari PCL. Berikut ini adalah Gambar dari mesin XRD (Gambar 3.7).



**Gambar 3.7** Mesin uji XRD

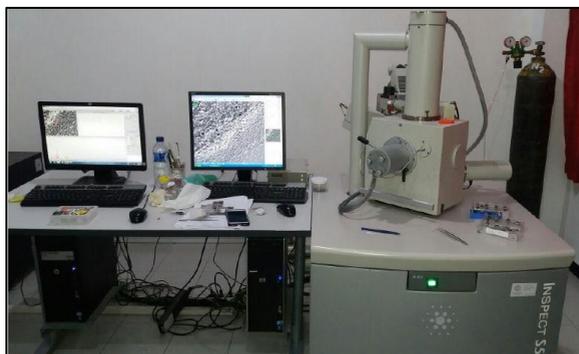
Data hasil XRD berupa grafik dengan puncak internsitas terhadap  $2\theta$ . Prinsip dasar XRD adalah mendisfraksi cahaya melalui celah kristal. Radiasi yang digunakan berupa sinar-X,

---

electron dan neutron. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD. Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Ukuran kristal ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar X yang muncul. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang mendekati sebuah garis vertical. Kristal yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut yang memberikan informasi tentang ukuran kristal.

### 3.4.3 Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Scanning electron microscopy (SEM) digunakan untuk memvisualisasikan permukaan morfologi pada permukaan magnesium hasil PEO dan PCL dengan konsentrasi PCL yang berbeda. Sehingga akan terlihat ukuran pori dan morfologi dari material sebelum coating maupun setelah coating. Mesin uji sem dapat dilihat pada Gambar 3.8



**Gambar 3.8** Mesin uji SEM

---

Langkah pengujian SEM dimulai dengan menyiapkan sampel yang akan diamati. Mengusap permukaan spesimen dengan kapas beralkohol untuk membersihkan dari kotoran yang tersisa. Selanjutnya merekatkan sampel yang akan diuji dengan menggunakan selotip karbon pada tempat sampel, hal ini dilakukan agar ketika pengamatan sampel tidak akan tergelincir saat proses vacuum. Setelah sampel siap, memasukkan sampel ke dalam alat pengujian SEM dan melakukan proses vacuum. Mengamati hasil Gambar dari sampel dengan mencari lokasi dengan perbesaran hingga 1000x. Tahapan terakhir pengujian SEM adalah mengambil Gambar yang diinginkan setelah ditemukan yang sesuai.

#### **3.4.4 Pengujian *Fourier-transform infrared* (FTIR)**

*Fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR) adalah teknik yang digunakan untuk memperoleh spektrum inframerah penyerapan atau emisi zat padat, cair atau gas. Spektrometer FTIR secara bersamaan mengumpulkan data resolusi spektral tinggi pada rentang spektral yang luas. Ini memberikan keuntungan signifikan dibandingkan spektrometer dispersif, yang mengukur intensitas pada rentang panjang gelombang yang sempit pada suatu waktu. Pengujian menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui apakah pada permukaan pelapisan benar terdapat adanya PCL.



**Gambar 3.9** Alat pengujian FTIR

---

Sistem optik Spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red* seperti pada Gambar 3.9 ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah  $2$  yang selanjutnya disebut sebagai retardasi ( $\delta$ ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer *Infra-Red* yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra-Red*. Pada sistem optik *Fourier Transform Infra-Red* digunakan radiasi LASER (Light Amplification by Stimulated Emmission of Radiation) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer *Fourier Transform Infra-Red* adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (disingkat TGS) atau Mercury Cadmium Telluride (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.

### **3.4.5 Pengujian Kekerasan**

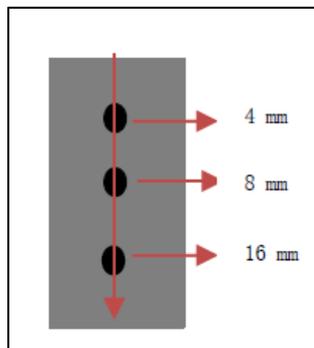
Pengujian kekerasan pada sampel bertujuan untuk mengetahui pengaruh lapisan polimer pada kekerasan dari permukaan spesimen. Pengujian kekerasan dilakukan di laboratorium Metalurgi Departemen Teknik Material FTI-ITS seperti pada Gambar 3.10. Tahapan pengujian ini adalah meletakkan sampel (material) pada landasan yang telah tersedia. Kemudian mikroskop difokuskan melalui pengatur kasar. Area penajakan pada sampel ditentukan dengan memutar spindel mikrometer. Memberi beban sebesar 300 gf terhadap permukaan

sampel selama 30 detik. Mengukur diameter jejak arah horisontal ( $d_1$ ) dan diameter jejak arah vertikal ( $d_2$ ). Nilai kekerasan secara otomatis muncul pada layar monitor.



**Gambar 3.10** Alat Pengujian Kekerasan Microvickers Hardness

Indentasi yang dilakukan secara vertical untuk melihat distribusi kekerasan pada permukaan. Titik indentasi yang digunakan di tunjukan pada Gambar 3.11



**Gambar 3.11** Rancangan Titik Indentasi

### 3.4.6 Uji Weight Loss SBF (*Simulated Body Fluid*)

---

Pengujian ini dilakukan dengan metode perendaman ke dalam *Phosphate Buffered Saline* (PBS) (pH = 7,4) dengan komposisi 900 ml aquades di campurkan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperature 36.5-37.5°C secara berurutan dengan:

1. 8 gr NaCl,
2. 0.2 gr KCL,
3. 0,24 gr KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>,
4. 1.44 gr Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>,

Larutan ini digunakan sebagai *simulated body fluid* (SBF) yang komposisinya telah diatur dan dikondisikan sesuai cairan tubuh selama 30 hari dengan temperatur 36.5-37.5°C yang bisa dilihat pad Gambar 3.12. Setiap tiga hari sekali dilakukan penimbangan pada masing-masing spesimen dengan merendam spesimen didalam larutan asam kromat agar pengotor yang menempel pada spesimen berhasil terangkat. Pengujian ini berfungsi untuk mengetahui massa dan volume paduan yang berkurang dalam kurun waktu perendaman, sehingga dari data tersebut didapatkan laju degradasi dari spesimen.



**Gambar 3.12** Alat pengujian weight loss

### **3.4.7** *Tape Test*

Pengujian daya lekat *coating* menggunakan metode *Tape Test* dengan alat seperti pada Gambar 3.13. Pengujian ini dilakukan karena Adhesi lapisan antara substrat logam dan pelapis sangatlah penting, karena kegagalan pelapisan secara langsung menurunkan keandalan, daya tahan, dan kinerja aplikasi implant.

Pengujian daya lekat *coating* dilakukan di Laboratorium Manufaktur Departemen Teknik Material dengan metode Cross-Cut Tape Test. Pada pengujian ini sampel digores menggunakan cutter sebanyak 11 goresan dengan jarak antar goresan 1 mm. Kemudian tape diaplikasikan di atas substrat yang sudah digores (ASTM D3359). Adhesi dievaluasi dengan perbandingan deskripsi dan ilustrasi



**Gambar 3.13** Alat pengujian *Tape-test*

### 3.5 Rancangan Penelitian

---

**Tabel 3.2** Rancangan penelitian

<b>Spesimen</b>	<b>XRF</b>	<b>SBF</b>	<b>XRD</b>	<b>SEM + EDX</b>	<b>Adhesi</b>	<b>FTIR</b>	<b>Hardness</b>
Base Metal	v	v	v	-	-	v	v
Pelapisan PEO	-	v	v	v	-	v	v
Pelapisan PEO + PCL 2%	-	v	-	v	v	v	v
Pelapisan PEO + PCL 4%	-	v	-	v	v	v	v
Pelapisan PEO + PCL 6%	-	v	-	v	v	v	v
Pelapisan PEO + PCL 8%	-	v	-	v	v	v	v

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Karakterisasi Awal

#### 4.1.1 Karakterisasi Komposisi Substrat

Komposisi dari substrat yang digunakan perlu di analisis untuk menentukan apakah komposisi dari material yang digunakan sesuai dengan ketentuan standar paduan magnesium AZ31B. Karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan alat XRF atau *X-Ray Fluoroscence*. Material yang digunakan ialah paduan magnesium AZ31B. Untuk mendapatkan hasil yang tepat, karakterisasi dilakukan dengan medium helium dengan energy 14KV. Dari hasil pengujian yang dilakukan, didapatkan rata-rata komposisi unsur magnesium atau Mg dengan nilai sebesar 94,75%, Aluminium sebesar 3.425% dan Zinc dengan nilai 1.1975%. Yang dimana dapat dilihat pada Tabel 4.1

**Tabel 4.1** Hasil Analisis XRF pada Substrat

<b>Unsur</b>	<b>Rata-Rata (Wt %)</b>
Mg	94.7619
Al	3.425
Si	0.08
P	0.005
K	0.07875
Ca	0.03125
Cr	0.008775
Mn	0.384
Cu	0.027
Zn	1.1975
Zr	0.000825
<b>Total</b>	<b>100</b>

**Tabel 4.2** Komposisi Paduan Mg AZ31B (Gu, 2012)

Unsur	Wt%
Al	2.5 ~ 3.5
Zn	0.7 ~ 1.3
Mn	0.2 ~1
Si	Max 0.05
Cu	Max 0.01
Mg	Balance

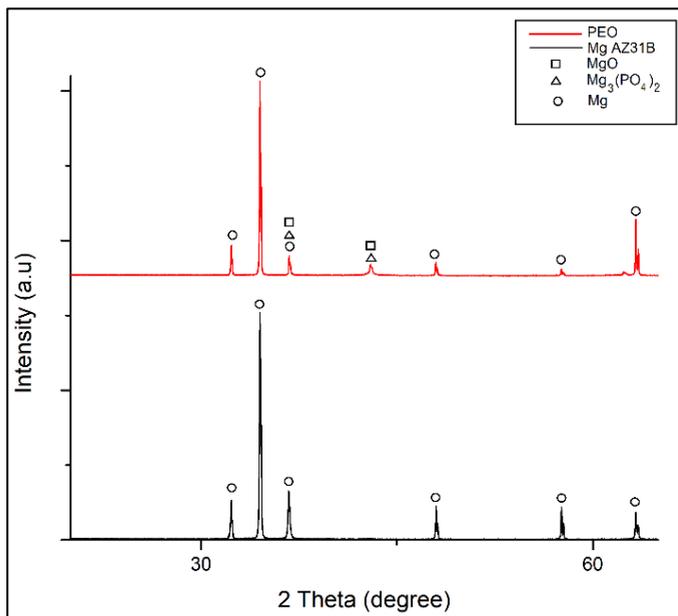
Dengan membandingkan komposisi substrat pada Tabel 4.1 dan komposisi Mg AZ31B pada Tabel 4.2, dapat disimpulkan bahwa substrat yang digunakan memiliki komposisi yang sesuai dengan standar yang ada.

#### 4.1.2 Analisis Senyawa Sebelum dan Setelah Proses PEO

Proses PEO dilakukan selama 10 menit dengan tegangan yang diaplikasikan sebesar 500 V. dari proses yang telah berlangsung, permukaan substrat terlapis oleh oksida yang muncul akibat dari proses PEO yang dilakukan. Berikut adalah tampilan secara visual proses PEO yang dapat dilihat pada Gambar 4.1

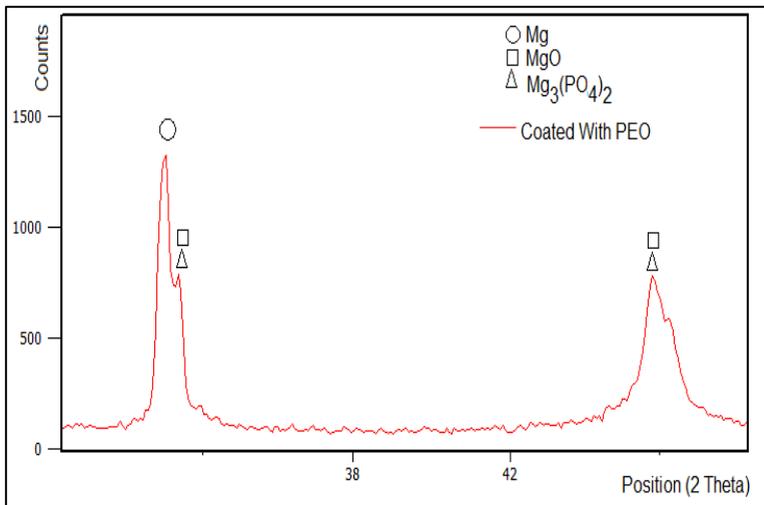
**Gambar 4.1** Proses PEO (*Plasma Electrolytic Oxidation*)

Untuk memastikan apakah lapisan magnesium oksida benar-benar terbentuk setelah proses PEO, maka perlu dilakukan analisis senyawa menggunakan XRD. Dari pengujian yang telah dilakukan, didapatkan hasil seperti pada Gambar 4.2, yang dimana pada Gambar tersebut ditampilkan perbandingan dari grafik pengujian material awal dan material yang telah melalui proses PEO dan terlihat sebuah perbedaan dari senyawa yang terbentuk dari proses tersebut. Untuk hasil dari pengujian XRD pada *base metal* didapatkan 5 peak utama, yaitu pada 2 theta  $32.29^\circ$ ,  $34.506^\circ$ ,  $36.69^\circ$ ,  $47.98^\circ$ , dan  $57.60^\circ$ . Data yang didapatkan kemudian di bandingkan dengan data ICDD 00-001-1141 dimana peak utama yg cocok adalah dengan posisi  $32.29^\circ$ ,  $34.47^\circ$ ,  $47.83^\circ$ , dan  $57.59^\circ$ .



**Gambar 4.2** Grafik perbandingan Material Awal dan Setelah Proses PEO

Sedangkan untuk spesimen yang telah melewati proses PEO, terdeteksi pembentukan senyawa-senyawa baru. Senyawa tersebut adalah MgO dan  $Mg_3(PO_4)_2$  yang dimana senyawa tersebut muncul sesuai dengan komposisi larutan yang digunakan yaitu  $Na_3PO_4$ . Hal ini dibuktikan dengan menggunakan aplikasi *highscore plus* untuk mencari peak dari senyawa-senyawa yang muncul dimana posisi *peak* dari senyawa tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.3. Untuk senyawa MgO, peak muncul pada posisi 2 theta  $36.8426^\circ$ , dan  $42.9516^\circ$  yang kemudian disamakan dengan *reference code* ICDD 01-077-2364 yang dimana peak yang sesuai berada pada posisi 2 theta  $36.962^\circ$ , dan  $42.941^\circ$ . Sedangkan untuk senyawa  $Mg_3(PO_4)_2$  terbentuk pada posisi 2 theta  $36.8426^\circ$ , dan  $42.9516^\circ$  yang kemudian disamakan dengan *reference code* ICDD 00-022-1152 dengan posisi peak pada 2 theta  $36.9^\circ$ , dan  $43.038^\circ$ .

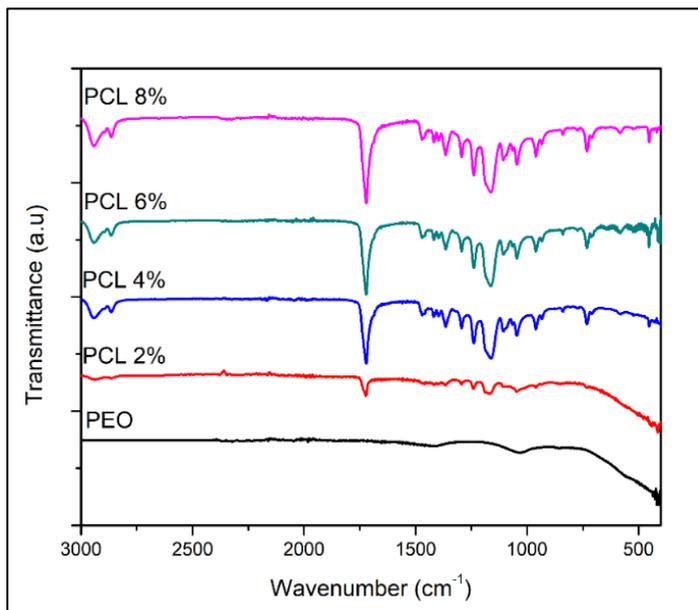


**Gambar 4.3** Peak dari senyawa MgO dan  $Mg_3(PO_4)_2$

## 4.2 Karakterisasi Hasil Proses *Dip Coating* Polycaprolactone Sebagai *Post-Treatment* Proses PEO

### 4.2.1 Pengujian FTIR

Pengujian *Fourier-transform infrared spectroscopy* (FTIR) bertujuan untuk mendeteksi apakah proses *dip coating* dari polycaprolactone benar-benar melapisi permukaan dari spesimen magnesium yang telah teroksidasi. Karena polimer yang menjadi *top coat* dari substrat adalah PCL ( $[C_6H_{10}O_2]_n$ ), maka ikatan kimia yang seharusnya terlihat adalah ikatan alkana (C-H) dan ikatan ester (C=O), dan ester amorfous (C-O) (Thielemans, 2009). Pengujian FTIR dari tiap variasi yang di teliti dapat dilihat pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.4** Grafik Hasil Pengujian FTIR

Analisis peak dilakukan dengan mengacu kepada Tabel *IR Spectrum* (Sigma-Aldrich), hasil analisis dari tiap peak dapat dilihat pada Tabel 4.3. Untuk PCL 2%, didapatkan ikatan alkana yang dominan pada *wavenumber*  $2938.54\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan ester pada *wavenumber*  $1723.34\text{ cm}^{-1}$ . Untuk PCL 4%, didapatkan ikatan alkana yang dominan pada *wavenumber*  $2943.14\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan ester pada *wavenumber*  $1721.06\text{ cm}^{-1}$ . Untuk PCL 6% ikatan alkana yang dominan didapati pada *wavenumber*  $2942.92\text{ cm}^{-1}$ , dan untuk ikatan ester ditemukan pada *wavenumber*  $1720.57\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan untuk PCL 8%, ikatan alkana didapati pada *wavenumber*  $2942.80\text{ cm}^{-1}$ , dan ikatan ester pada *wavenumber*  $1720.45\text{ cm}^{-1}$ . Kekuatan transmisi dari ikatan alkana dan ester semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi dari PCL, hal ini dikarenakan oleh ikatan dari rantai polimer PCL yang semakin dominan seiring dengan meningkatnya konsentrasi PCL (Afrinaldi, 2014).

**Tabel 4.3** Analisis Peak FTIR

Spesimen	Wavenumber ( $\text{Cm}^{-1}$ )				
	O-H	C-O	C-H	C-C	C=O
PEO	-	-	-	-	-
PEO + PCL 2%	-	1419.61	2938.54, 1293.76, 1364.79, 1240.17, 1169.46, 688.80	1419.61	1723.34
PEO + PCL 4%	933.78	1238.54, 1161.53, 1106.83	2943.14, 2865.09, 1364.58, 1293.26, 960.57, 731.77	1470.55, 1418.53	1721.06
PEO + PCL 6%	933.6	1238.31, 1162.21, 1106.78	2942.92, 2865.36, 1470.69, 1293.31, 960.56, 731.56	1470.69, 1418.45	1720.57
PEO + PCL 8%	933.44	1238.56, 1162.12, 1045.55	2942.8, 2865.11, 1364.69, 1293.30, 960.57, 731.54	1470.57, 1418.58	1720.45

Untuk spesimen yang tidak dilapisi oleh PCL, tidak ditemukan ikatan alkana maupun ester. Hal ini membuktikan bahwa polimer PCL telah melapisi permukaan magnesium yang telah teroksidasi dan berfungsi sebagai *top coat*.

#### 4.2.2 Analisis SEM/EDX

Untuk mengetahui unsur-unsur yang terdapat pada permukaan magnesium yang teroksidasi dengan menggunakan proses PEO dan dilapisi oleh PCL sebagai *post-treatment*, selanjutnya dilakukanlah pengujian EDX untuk melihat unsur apa saja yang telah terbentuk pada permukaan spesimen yang telah di *coating*.

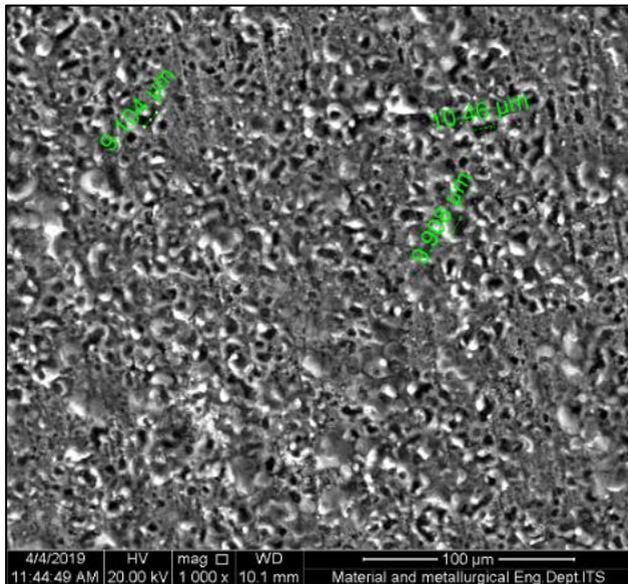
**Tabel 4.4** Hasil Pengujian EDX

Sampel	Element (Wt %)			
	C	O	Mg	P
PEO	-	40.05	52.24	7.71
PEO + PCL 2%	48.29	25.65	23.09	2.97
PEO + PCL 4%	56.42	31.48	10.8	1.3
PEO + PCL 6%	62.09	31	5.4	1.51
PEO + PCL 8%	60.51	38.19	0.83	0.47

Hasil pengujian EDX untuk dapat dilihat pada Tabel 4.4 unsur Mg, O, dan P terlihat sangat dominan pada lapisan permukaan dari spesimen yang belum dilapisi oleh PCL, hasil yang didapatkan pada Gambar tersebut sesuai dengan pengujian XRD dimana unsur-unsur yang terbaca pada pengujian EDX adalah unsur pembentuk senyawa MgO dan Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, yang dimana senyawa-senyawa tersebut adalah hasil dari proses PEO. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa unsur yang sangat dominan adalah unsur C, dan O. dan dari keempat variasi yang diteliti, yaitu konsentrasi PCL 2%,4%,6%, dan 8%, dapat dilihat bahwa persentase unsur Mg semakin berkurang seiring dengan meningkatnya persentase PCL yang diberikan. Hal ini menandakan

bahwa dengan semakin meningkatnya persentase PCL yang melapisi permukaan spesimen magnesium yang teroksidasi, PCL akan memberikan lapisan perlindungan terhadap *base metal* dikarenakan persentase Mg yang nampak semakin sedikit dan persentase unsur C yang semakin dominan pada permukaan spesimen yang diteliti.

Untuk mengetahui morfologi permukaan pada permukaan magnesium yang teroksidasi dengan menggunakan proses PEO dan dilapisi oleh PCL sebagai *post-treatment* maka perlu dilakukan pengujian menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).



**Gambar 4.5** Hasil SEM Proses PEO (500 V, 10 menit) perbesaran 1000x

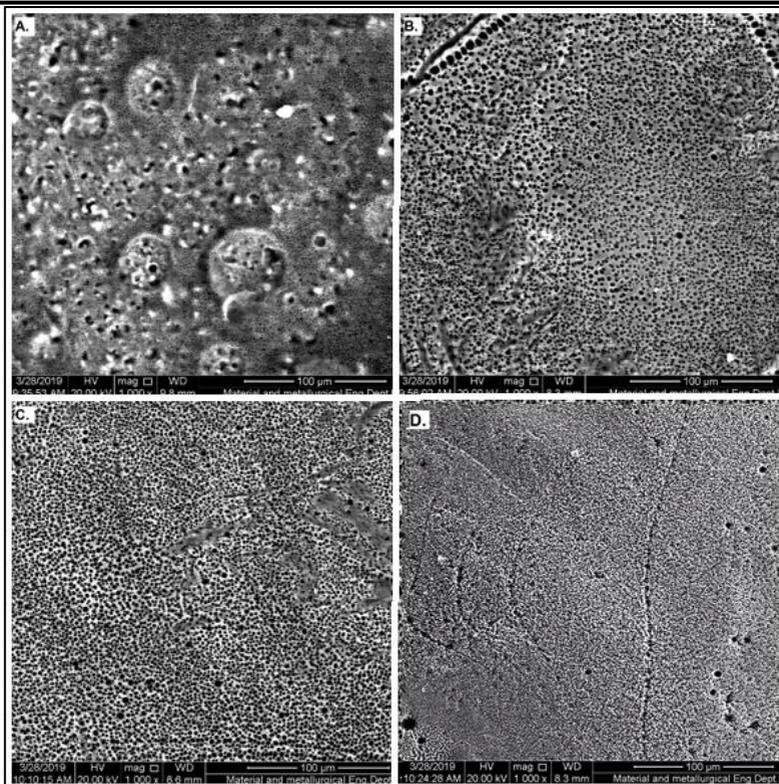
Gambar 4.5 menunjukkan morfologi permukaan dari spesimen yang teroksidasi dengan menggunakan PEO. Dari Gambar tersebut didapatkan hasil morfologi permukaan

---

magnesium oksida dengan jumlah *micropores* dan ukuran *micropores* yang beragam. Persebaran ukuran pori dipengaruhi oleh intensitas percikan yang besar yang disebabkan oleh peningkatan beda potensial yang akan mengakibatkan timbulnya ukuran pori yang besar pada permukaan. Akan tetapi, semakin lama waktu oksidasi yang diberikan maka jumlah dan ukuran *micropores* yang dihasilkan akan semakin mengecil. Meskipun lapisan MgO memberikan perlindungan pada *base metal*, dengan adanya *micropores* pada hasil proses PEO maka zat korosif masih akan tetap bisa masuk melalui celah tersebut. Dari Gambar 4.5 didapatkan rata-rata diameter *micropores* sebesar 9,284  $\mu\text{m}$ .

Hasil pengujian SEM untuk morfologi permukaan spesimen PEO yang telah dilapisi oleh polimer dapat dilihat pada Gambar 4.6. Pada Gambar 4.6 (A) dapat dilihat morfologi permukaan spesimen PEO/PCL dengan variasi konsentrasi PCL 2%, dari hasil SEM menunjukkan bahwa PCL yang tersebar pada spesimen telah melapisi permukaan secara menyeluruh dan porositas dari polimer yang melapisi terlihat cukup besar. Pada Gambar 4.6(B.) dapat dilihat morfologi permukaan spesimen PEO/PCL dengan variasi konsentrasi PCL 4% menunjukkan bahwa PCL tersebar secara menyeluruh, dan porositas yang terbentuk memiliki diameter yang kecil dan jumlah yang cukup banyak. Pada Gambar 4.6(C.) dapat dilihat morfologi permukaan spesimen PEO/PCL dengan variasi konsentrasi PCL 6%, hasil SEM menunjukkan persebaran PCL yang menyeluruh dan jumlah poros yang banyak dengan diameter yang kecil. Begitu pula pada Gambar 4.6(D.) yang menunjukkan morfologi permukaan spesimen PEO/PCL dengan variasi konsentrasi PCL 8%, hasil SEM menunjukkan persebaran PCL yang menyeluruh dan jumlah poros yang banyak dengan diameter yang kecil. Hal ini diperkuat oleh data persebaran unsur yang didapatkan dengan melalui pengujian EDX pada Tabel 4.4.

---



**Gambar 4.6** Morfologi Permukaan Spesimen PEO/PCL dengan variasi konsentrasi PCL (A.) 2% (w/v) (B.) 4% (w/v) (C.) 6% (w/v) (D.) 8% (w/v) perbesaran 1000x

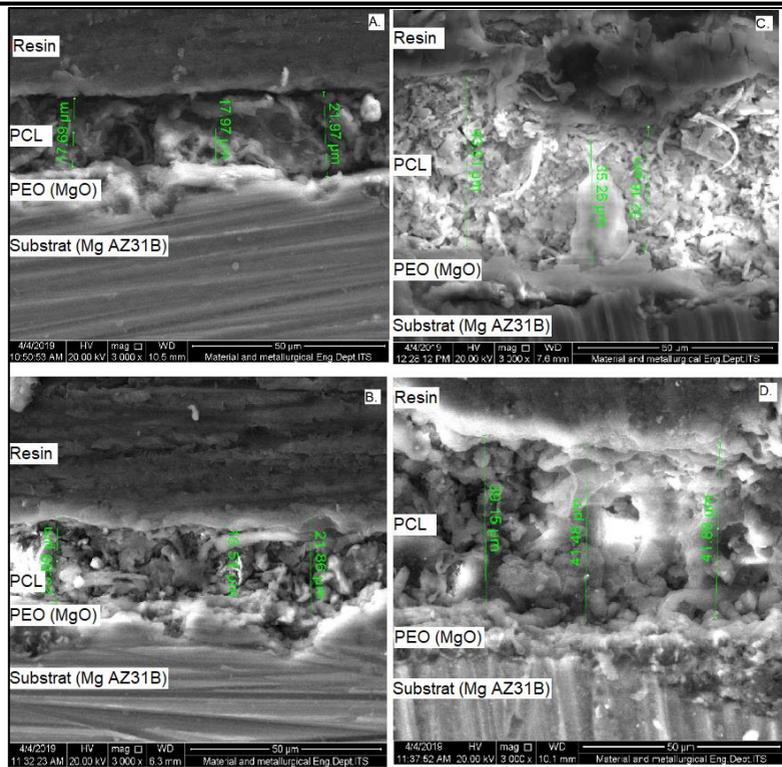
Data untuk diameter pori dapat dilihat pada Tabel 4.5. Menurut Wong dkk, 2010, pori-pori pada polimer terbentuk dikarenakan oleh proses pemindahan fasa, dimana pelarut yang menguap pada larutan polimer berfungsi sebagai *driving force* atau kekuatan pendorong untuk pemisahan fasa, dari proses tersebut larutan polimer memiliki sifat yang tidak stabil secara termodinamika ketika pelarut mengalami penguapan. Hal ini

menyebabkan terbentuknya formasi dari daerah *polymer-rich* dan *polymer-poor*, yang dimana daerah *polymer-rich* akan terlebih dulu mengalami proses solidifikasi dan daerah *polymer-poor* akan menyebabkan pembentukan porositas. Hal lain yang dapat memengaruhi ukuran dari pori-pori polimer adalah konsentrasi dari larutan polimer tersebut, dimana semakin tinggi konsentrasi dari larutan polimer maka diameter dari porositas yang terbentuk akan semakin mengecil dikarenakan oleh keberadaan dari fasa *polymer-poor* yang semakin sedikit. Pernyataan tersebut sesuai dengan hasil pengujian SEM pada tiap variasi konsentrasi PCL, dimana seiring dengan bertambahnya konsentrasi dari larutan PCL, diameter dari porositas semakin mengecil.

**Tabel 4.5** Diameter Pori Pelapisan

Spesimen	Diameter Pori ( $\mu\text{m}$ )			Rata-rata ( $\mu\text{m}$ )
	D1	D2	D3	
PEO	10.46	9.908	9.104	9.824
PEO + PCL 2%	11.111	9.343	6.347	8.934
PEO + PCL 4%	6.618	4.866	2.357	4.614
PEO + PCL 6%	4.022	3.947	2.227	3.399
PEO + PCL 8%	3.977	2.668	1.603	2.749

Menurut Tienen dkk, 2016, porositas pada polimer untuk aplikasi implan tulang memiliki peran yang penting. Poros dari polimer berfungsi untuk menyerupai bentuk asli dari jaringan tulang yang akan disembuhkan. Hal tersebut menyebabkan tulang untuk tumbuh lebih cepat dan juga mengurangi kekuatan mekaniknya agar tidak jauh berbeda dengan sifat mekanik yang dimiliki oleh tulang manusia.



**Gambar 4.7** Hasil SEM *Cross Section* Spesimen PEO/PCL dengan variasi konsentrasi PCL (A.) 2% (w/v) (B.) 4% (w/v) (C.) 6% (w/v) (D.) 8% (w/v) perbesaran 3000x

Hasil pengujian SEM untuk morfologi lapisan MgO hasil PEO dan lapisan PCL hasil *dip coating* secara melintang atau *cross section* dapat dilihat pada Gambar 4.7. Ikatan yang terjadi antara PCL dan lapisan substrat adalah *mechanical interlocking*, karena pelapisan terjadi secara fisik antara polimer yang berpori dan substrat yang berpori sehingga saling mengisi celah kosong yang ada (Packham, 1995). Dari pengujian yang dilakukan terlihat 4 lapisan yaitu substrat Mg AZ31B, Lapisan MgO hasil dari proses

PEO, lapisan PCL hasil dari proses *dip coating*, dan lapisan resin. Dari data yang didapatkan dapat dilihat bahwa tidak terdapat celah pada *interface* tiap lapisan yang ada sehingga hal ini menunjukkan bahwa lapisan terdeposisi dengan baik terhadap *base metal*.

**Tabel 4.6** Tebal Lapisan PCL

Spesimen	Tebal Pelapisan ( $\mu\text{m}$ )			Rata-rata Ketebalan ( $\mu\text{m}$ )
PCL 2%	17.69	17.87	21.97	19.177
PCL 4%	20.69	16.51	21.86	19.687
PCL 6%	48.61	35.26	32.16	38.677
PCL 8%	39.15	41.48	41.88	40.837

Dari data yang didapatkan, untuk konsentrasi PCL 2% (w/v) didapatkan rata-rata ketebalan sebesar 19.177  $\mu\text{m}$ . Tebal pelapisan dapat dilihat pada Tabel 4.6, untuk PCL dengan konsentrasi 4% (w/v) didapatkan rata-rata ketebalan sebesar 19.687  $\mu\text{m}$ . Untuk PCL dengan konsentrasi 6% didapatkan rata-rata ketebalan sebesar 38.677  $\mu\text{m}$ . Sedangkan untuk PCL dengan konsentrasi 8% didapatkan rata-rata ketebalan sebesar 40.837  $\mu\text{m}$ . Dari semua variasi yang diuji terlihat bahwa seiring dengan bertambahnya kadar konsentrasi dari PCL, maka ketebalan lapisan dari PCL juga akan meningkat.

Menurut Shaurab Misrhra, 2014, dengan meningkatnya konsentrasi pada suatu polimer, ketebalan pada lapisan yang terdeposisi akan meningkat pula. Seiring dengan bertambahnya kadar konsentrasi pada polimer, jumlah molekul dari polimer tersebut juga akan meningkat yang akan meningkatkan kepadatan dari polimer tersebut.

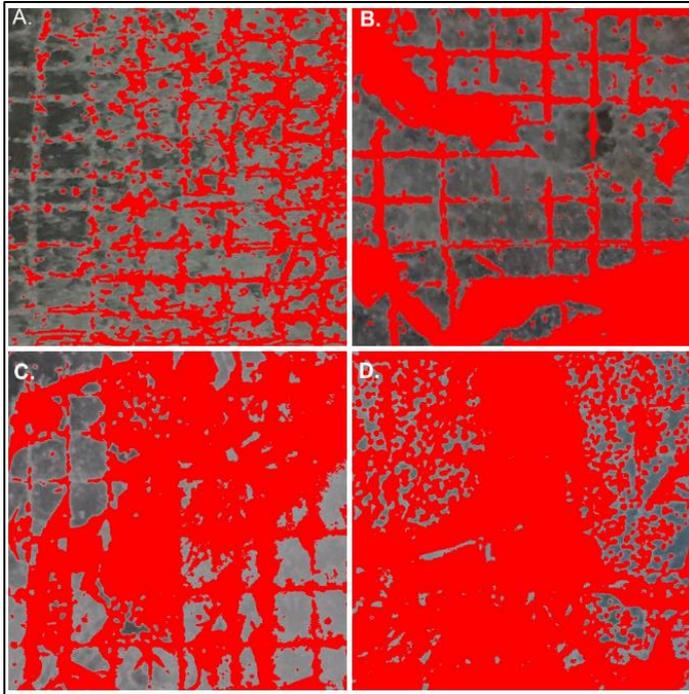
### 4.3 Analisis Sifat Mekanik Hasil Proses *Dip Coating* Polycaprolactone Sebagai *Post-Treatment* Proses PEO

#### 4.3.1 Analisis Kekuatan Adhesi

**Tabel 4.7** Hasil Pengujian Tape Test

Spesimen	Grade	Keterangan
PCL 2%	2B	Luas daerah yang terkelupas dari pengolahan data adalah sebesar 34.466%
PCL4%	1B	Luas daerah yang terkelupas dari pengolahan data adalah sebesar 48.538%
PCL 6%	1B	Luas daerah yang terkelupas dari pengolahan data adalah sebesar 66.120%
PCL 8%	0B	Luas daerah yang terkelupas dari pengolahan data adalah sebesar 80.718%

Untuk mengetahui kekuatan lekat lapisan PCL terhadap substrat Mg AZ31B yang telah teroksidasi melalui proses PEO, maka diperlukan uji adhesi. Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui kekuatan kelekatan lapisan polimer terhadap substrat inorganik ataupun keramik. Jenis pengujian adhesi yang digunakan adalah uji tape test dengan mengacu kepada ASTM D 3359 dimana semakin tinggi grade maka kekuatan adhesi semakin baik. Hasil yang akan didapatkan berupa hasil kualitatif yang akan dicocokkan dengan data ASTM berupa klasifikasi dari kekuatan kelekatan lapisan terhadap substrat. Hasil pengujian tape test kemudian akan diolah dengan menggunakan aplikasi pemograman ImageJ (Wayne Rasbrand), yang dimana dari aplikasi tersebut luas area lapisan yang terkelupas akan dihitung secara otomatis sehingga hasil pengujian yang didapatkan memiliki pengolahan data secara kuantitatif meskipun hasil akhir dari pengujian bersifat kualitatif. Tabel 4.7 menunjukkan hasil pengujian *tape test* sesuai dengan klasifikasi ASTM D 3559.



**Gambar 4.8** Hasil Tape Test Untuk Kekuatan Adhesi PCL dengan variasi konsentrasi PCL (A.) 2% (w/v) (B.) 4% (w/v) (C.) 6% (w/v) (D.) 8% (w/v)

Untuk mengetahui kekuatan adhesi dari lapisan PCL. Dari pengujian yang dilakukan dapat dilihat bahwa tiap variasi konsentrasi memiliki daya lekat yang berbeda, untuk konsentrasi 2% tergolong dalam kategori 2B dikarenakan daerah yang terkelupas berkisar diantara 15% - 35%, untuk konsentrasi 4% dan 6% tergolong dalam kategori 1B dikarenakan luas daerah yang terkelupas berkisar diantara 35% - 65%, dan untuk konsentrasi PCL 8% termasuk dalam kategori 0B karena luas daerah yang terkelupas melebihi 65%. Untuk hasil pengolahan data dari

pengujian tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.8, sedangkan untuk pengolahan data dapat dilihat pada lampiran.

Dari pengolahan data yang telah dilakukan diketahui bahwa PCL dengan konsentrasi yang rendah dan dengan diameter pori yang lebih besar memiliki kekuatan adhesi dengan substrat yang baik, berbeda dengan PCL yang memiliki konsentrasi lebih tinggi. Menurut Burke dkk, 2018, dalam pelapisan untuk aplikasi implant tulang, kekuatan adhesi dari pelapisan sangatlah penting, karena apabila kekuatan adhesi dari suatu pelapisan tidak cukup kuat maka dapat berpotensi menyebabkan delaminasi dan mengurangi kualitas dan kinerja dari produk akhir. Kekuatan adhesi pada PCL dengan konsentrasi yang lebih rendah disebabkan oleh struktur molekul dari PCL, interaksi elektrostatis pada permukaan magnesium lebih banyak diterima dikarenakan oleh polimer dengan rasio oksigen yang lebih tinggi dalam beratnya. PCL memiliki rasio oksigen yang lebih rendah apabila dibandingkan dengan polimer lain seperti PLLA, dan karena itulah PCL menunjukkan kelekatan yang lebih rendah terhadap permukaan substrat (Jenkins dkk, 2013).

#### 4.3.2 Pengaruh PCL Terhadap Kekerasan Permukaan

**Tabel 4.8** Data diagonal indentasi

Spesimen	d Indentasi ( $\mu\text{m}$ )			Rata-rata d Indentasi ( $\mu\text{m}$ )
	4 mm	8 mm	16 mm	
Base Metal	85.72636	95.57707	97.93735	93.080
PEO	65.46738	66.98098	69.22233	67.224
PEO + PCL 2%	79.96551	81.13981	81.86972	80.992
PEO + PCL 4%	84.0232	85.557	86.76411	85.448
PEO + PCL 6%	92.72785	97.10382	100.3905	96.741
PEO + PCL 8%	98.79271	101.9731	107.6569	102.808

Untuk menentukan pengaruh PCL terhadap kekerasan permukaan dilakukan menggunakan alat *microhardness Vickers*

dengan beban 300 gf dengan mengacu kepada ASTM E-384. Indentasi dilakukan untuk mendapatkan rata-rata diagonal indentasi yang dimana dapat dilihat pada Tabel 4.8. Dari data yang telah didapatkan dapat dilihat bahwa spesimen yang telah melewati proses PEO memiliki diagonal indentasi yang paling rendah. Sedangkan untuk spesimen PEO yang kemudian dilapisi oleh PCL mengalami peningkatan diagonal indentasi, hal ini dikarenakan oleh sifat kekerasan dari PCL yang lunak sehingga menyebabkan meningkatkan deformasi pada permukaan (Centauro, 2014). Untuk menganalisis pengaruh pelapisan polimer terhadap kekerasan permukaan secara keseluruhan, dilakukanlah pengukuran kedalaman indentasi yang kemudian akan dihubungkan dengan ketebalan lapisan PCL yang dapat dilihat pada Tabel 4.6. Kedalaman dari indentasi dapat ditemukan dengan menghubungkan diagonal dari indenter yang digunakan dan menggunakan perhitungan trigonometri dasar. Dari perhitungan yang telah dilakukan didapatkan data seperti pada Tabel 4.9

**Tabel 4.9** Data Kedalaman Indentasi

<b>Spesimen</b>	<b>Rata-rata H (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
Base Metal	115.191
PEO	83.193
PEO + PCL 2%	100.231
PEO + PCL 4%	105.746
PEO + PCL 6%	119.722
PEO + PCL 8%	127.229

Dengan menghubungkan ketebalan lapisan polimer pada Tabel 4.6 dengan data kedalaman indentasi pada Tabel 4.8, dapat dilihat bahwa indenter menembus lapisan polimer secara keseluruhan dan tidak memberikan dampak yang signifikan dan dapat diambil kesimpulan bahwa kedalaman indentasi akan

---

semakin bertambah seiring dengan menurunnya nilai kekerasan dari suatu material. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi dari polimer tidak memiliki pengaruh yang cukup signifikan apabila digunakan sebagai *post-treatment* terhadap kekerasan permukaan paduan magnesium yang telah teroksidasi. Menurut Anandraj (2018), hal ini disebabkan oleh perbedaan sifat kekerasan dan sifat mekanik lainnya dari lapisan polimer dan substrat yang digunakan. Sehingga pada pengujian kekerasan menggunakan *microvickers*, indenter berpenetrasi dengan lapisan PCL dari proses *post-treatment* secara keseluruhan. Kekerasan permukaan spesimen akan berkurang seiring dengan meningkatnya konsentrasi PCL. Dikarenakan seiring dengan bertambahnya konsentrasi maka tebal lapisan dari polimer akan semakin bertambah sehingga keberadaan polimer pada permukaan semakin dominan namun hal ini tidak memengaruhi kekerasan dari substrat yang telah teroksidasi (Mishra, 2014).

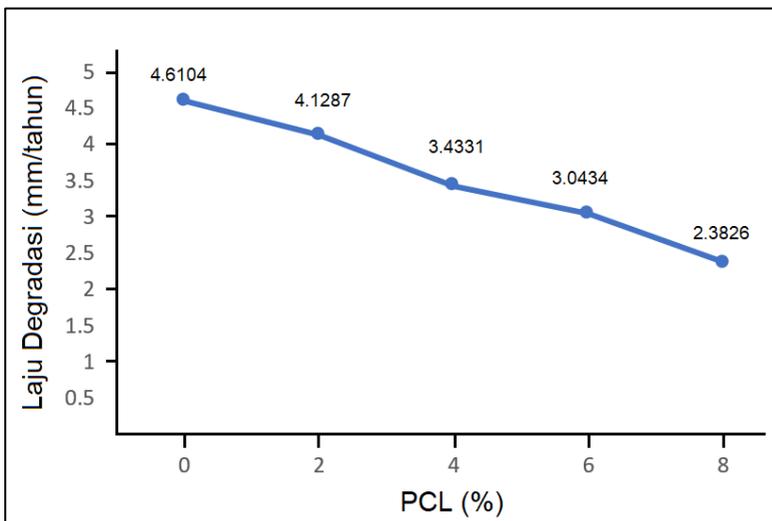
#### **4.4 Analisis Hasil Pengujian *Weight Loss* Paduan Mg AZ31B Sebelum dan Sesudah Pelapisan PCL**

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui laju degradasi dari paduan Mg AZ31B sebelum dan setelah proses pelapisan menggunakan metode PEO dan pelapisan *polycaprolactone* (PCL) sebagai *post-treatment*. Pengujian dilakukan dengan cara merendam spesimen kedalam larutan PBS atau *phospat buffer saline* dengan kadar pH 7.4 pada temperatur yang sudah disesuaikan dengan keadaan tubuh manusia dengan menggunakan incubator selama 30 hari. Temperatur yang digunakan yaitu berkisar diantara 36,5 °C – 37,5 °C.

Grafik dari laju degradasi dapat dilihat pada Gambar 4.9. Permukaan paduan Mg AZ31B yang tidak dilapisi menggunakan proses apapun memiliki laju degradasi sebesar 6.3965 mm/year dan spesimen dengan perlakuan preoses PEO (500V, 10 menit) memiliki laju degradasi yang lebih rendah, yaitu sebesar 4.6104

---

mm/year. Dari grafik pada Gambar 4.9 dapat dilihat bahwa setelah penambahan pelapisan PCL sebagai *post-treatment* PEO, didapatkan laju degradasi yang semakin rendah, yaitu sebesar 4.1287 mm/year untuk konsentrasi PCL 2% (w/v), 3.4331 mm/year untuk konsentrasi PCL 4% (w/v), 3.0434 mm/year untuk konsentrasi PCL 6% (w/v), dan 2.3826 mm/year untuk konsentrasi PCL 8% (w/v). Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa spesimen dengan perlakuan PEO dan PCL dengan konsentrasi 8% memiliki laju degradasi yang paling lambat sehingga bisa dikatakan hasil yang paling optimum. Hasil yang didapatkan sesuai dengan hasil SEM yang didapatkan bahwa ukuran pori-pori dari spesimen tersebut memiliki hasil yang paling optimum. Dari hasil yang didapatkan dapat dilihat bahwa terdapat penurunan laju degradasi sebesar 58.74% dari spesimen paduan Mg AZ31B yang teroksidasi dan spesimen yang dilapisi oleh PCL 8%.



**Gambar 4.9** Grafik pengujian *weight loss* dengan variasi konsentrasi PCL

---

Laju degradasi juga dipengaruhi oleh ketebalan lapisan, yang dimana ketebalan dapat menyebabkan pori semakin mengecil sehingga ketahanan degradasi juga meningkat. Hal ini sesuai dengan hasil yang didapatkan melalui pengujian SEM, dimana ketebalan pelapisan dan diameter pori semakin kecil seiring dengan bertambahnya konsentrasi PCL sehingga memberikan ketahanan degradasi yang lebih baik. Hal ini menunjukkan bahwa lapisan PCL memiliki peran sebagai lapisan pelindung dan menghambat laju degradasi (Degner dkk, 2013)

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Dari penelitian dan analisis data yang telah dilakukan, maka didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Dari pengujian *weight loss* didapatkan laju degradasi spesimen hasil pelapisan PCL terhadap paduan Mg AZ31B yang teroksidasi yaitu sebesar 2.3826 mm/tahun pada konsentrasi PCL sebesar 8% (w/v), hal ini menunjukkan penurunan apabila dibandingkan dengan Mg AZ31B yang teroksidasi yaitu sebesar 4.610486 mm/tahun dan dengan bertambahnya konsentrasi maka laju degradasi akan semakin berkurang.
2. Dari pengujian SEM dan EDX didapatkan bahwa seiring dengan bertambahnya konsentrasi PCL, maka ketebalan lapisan juga akan semakin meningkat. Selain itu seiring dengan meningkatnya konsentrasi, porositas yang terbentuk pada permukaan spesimen semakin menurun. Hasil yang paling optimal didapatkan pada konsentrasi PCL 8%(w/v), dimana rata-rata ketebalan lapisan PCL sebesar 40.837  $\mu\text{m}$ , dan rata-rata diameter poros sebesar 3.433  $\mu\text{m}$ .
3. Dari pengujian *tape test*, didapatkan kekuatan adhesi dari tiap variasi sampel akan semakin menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi. Hasil yang paling optimal didapati pada spesimen dengan konsentrasi PCL 2% (w/v), yaitu pada grade 2B (34.46% lapisan terkelupas). Sedangkan dari pengujian kekerasan dapat diambil kesimpulan bahwa lapisan PCL tidak memberikan dampak yang signifikan pada kekerasan permukaan apabila

---

digunakan sebagai *post-treatment* paduan magnesium yang telah teroksidasi.

## 5.2 Saran

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menambahkan zat additive sehingga ketahanan degradasi semakin meningkat.
2. Dapat dilakukan penelitian dengan metode pelapisan yang lain.
3. Menambahkan zat lain untuk meningkatkan kekuatan adhesi dari pelapisan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abel, Katherine. 2013. "Official CPC Certification Study Guide". **American Medical Association. p. 108.**
- Afrinaldi, B. 2014. **Effect of Initiator Concentration and Styrene and Maleic Anhydride Composition on Molecular Weight of Copolymer Poly Styrene-Maleic Anhydride.** Tangerang. Balai Pengkajian Teknologi Polimer – BPPT.
- Agarwal, et al. 2016. **Biodegradable Magnesium Alloys for Orthopaedic Applications: A Review on Corrosion, Biocompatibility and Surface Modifications.** Materials Science and Engineering: C. Dublin Institut of technology.
- Anandraj, J. 2018. **Durometer Test and Impedance Measurement of Metal Precursor Reinforced Polymer Composites.** Polymer Nanocomposite Laboratory, Center for crystal Growth. Tamilnadu, India.
- Bera, S. 2016. "Methodologies of Application of Sol-Gel Based Solution onto Substrate: A Review". **Journal of Coating Science and Technology Vol. 3 No.1.**
- Blacklock, J. et al. 2010. **Cross-Linked Bioreducible Layer-by-layer Films for Increased Cell Adhesion and Transgene Expression.** Detroit, Michigan. Wayne State University.
- Bornapour, M. et al. 2014. "Magnesium Implant Alloy with Low Level of Strontium and Calcium: The Third Element Effect and Phase Selection Improve Bio-Corrosion Resistance and Mechanical Performance". **Materials Science and Engineering C 35 p. 267-282.**
- Burke M, et al. 2008. "Estimation of the Strength of Adhesion between a Thermoresponsive Polymer Coating and Nitinol Wire". **Journal of Materials Science: Materials in Medicine 19**
- Centaurio, M. 2014. "Influence of PCL on Mechanical Properties and Bioactivity of ZrO<sub>2</sub>-based Hybrid Coatings Synthesized

- 
- by Sol–Gel Dip Coating Technique”. **Materials Science and Engineering C 39 p. 344-351.**
- Chaya, A. et al. 2015. “In Vivo Study of Magnesium Plate and Screw Degradation and Bone Fracture Healing”. **Acta Biomaterialia p. 262-269.**
- Chen, Y. et al. 2014. “Recent Advances on the Development of Magnesium Alloys for Biodegradable Implants”. **Acta Biomaterialia 10 p. 4561-4573.**
- Curran, J.A. & Clyne, T.W. 2005. “Thermo-Physical Properties of Plasma Electrolytic Oxide Coatings on Aluminium”. **Surface and Coatings Technology 199 p. 168-176.**
- Darhuber, A.A. 2000. “Selective Dip-Coating of Chemically Micro-Patterned Surfaces”. **J. Appl. Phys. 88.**
- Degner, J. et al. 2013. **Electrochemical Investigations of Magnesium in DMEM with Biodegradable Polycaprolactone Coating as Corrosion Barrier.** Erlangen, Germany. University of Erlangen-Nuremberg.
- Dunleavy, C.S. et al. 2009. “Characteristic of Discharge Events during Plasma Electrolytic Oxidation”. **Surface and Coatings Technology 203 p. 3410-3419.**
- Guo, M. et al. 2011. **Anticorrosion and Cytocompatibility Behavior of MAO/PLLA Modified Magnesium Alloy WE42.** Tianjin, China. Tianjin University.
- Guo, M. et al. 2011. **Anticorrosion and Cytocompatibility Behavior of MAO/PLLA Modified Magnesium Alloy WE42.** Tianjin, China. Tianjin University.
- Herrera, S. 2016. “Clinical Experience with Microindentation in vivo in Humans”. **Bone Vol. 95 p. 175-182.**
- Hidayat. 2018. **Effect of Polycaprolactone Concentration on Morphology and Degradation Rate of Coating Mg-5%Zn Alloy using Spray Coating Methode for Biodegradable Orthopedic Devices Application.** Surabaya, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
-

- 
- Ibrahim, H. et al. 2017. “Resorbable Bone Fixation Alloys, Forming, and Post-Fabrication Treatments”. **Materials Science and Engineering C 70 p.870-888.**
- Jenkins, C.L. 2013. **Molecular Weight Effects upon the Adhesive Bonding of a Mussel Mimetic Polymer.** Department of Chemistry Purdue University.
- Jiang, B.L. 2010. “Plasma Electrolytic Oxidation Treatment of Aluminium and Titanium Alloys”. **Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering 2010: 110–154.**
- Kim, Jinwoo, et al. 2016. **Enhanced Corrosion Resistance and Biocompatibility of AZ31 Mg alloy Using PCL/ZnO NPs via Electrospinning.** Republic of Korea: Jenjou University.
- Li, L. et al. 2018. “Advances in Functionalized Polymer Coatings on Biodegradable Magnesium Alloys – A Review”. **Acta Biomaterialia 79 p. 23-36.**
- Li, Z. et al. 2008. “The Development of Binary Mg-Ca Alloys for Use as Biodegradable Materials within Bone”. **Biomaterials 29 p. 1329-1344.**
- Lucas, N. et al. 2008.” Polymer Biodegradation: Mechanism and Estimation Techniques”. **Chemosphere 73 p. 429-442.**
- Mahartha, G. R., Maliawan, S., & Kawiyan, K. S. 2012. **Manajemen Fraktur pada Trauma Muskuloskeletal.** Denpasar: Universitas Udayana.
- Marquis, M. et al. 2009. **Bone Cells-Biomaterials Interactions.** Quebec, Canada. Universite de Sherbrooke.
- Mingo, B. et al. 2018. “Influence of Sealing Post-Treatments on The Corrosion Resistance of PEO Coated AZ91 Magnesium Alloy”. **Manchester, UK. Applied Surface Science 433 p. 653-667.**
- Mishra, S. 2014. “Effect of Polymer Adsorption on Permeability Reduction in Enhanced Oil Recovery”. **Journal of Petroleum Engineering Volume 2014 p. 1-9.**
-

- 
- Muafa, F. 2019. **Effect of Potential Difference and Time of Oxidation on Morphology, Mechanical Properties, and Degradation Rate of Magnesium Alloy AZ31B Using Plasma Electrolytic Oxidation Method for Orthopedic Device Applications**. Surabaya, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Narayanan, T.S. et al. 2015. **Surface Modification of Magnesium and its Alloys for Biomedical Applications Volume 2: Modifications and Coating Techniques**. Cambridge. Woodland Publishing.
- Nayagam S., et al. 2010. **Apley's System of Orthopaedics and Fractures**. London: Hodder Education.
- Packham, D.E. 1995. **The Mechanical Theory of Adhesion – a Seventy Year Perspective and Its Current Status**. Claverton Down, Bath. University of Bath – School of Materials Science.
- Park, M. et al. 2013. “Polycaprolactone Coating with Varying Thickness for Controlled Corrosion of Magnesium”. **Journal of Coatings Technology and Research** **10 p. 695-706**.
- Pham, Boellard E., et al. 2002. “Spin, Spray Coating and Electrodeposition of Photoresist for MEMS Structures - a Comparison”. **Proceedings of 5th Semiconductor Advances for Future Electronics**. SAFE 2002.
- Rahaman, M.N. 2007. “Ceramic Processing”. **Boca Raton: CRC Press. pp. 242–244**.
- Ralston, Stuart H. 2017. “Bone Structure and Metabolism”. **Medicine Volume 45, Issue 9. p. 527-586**.
- Scriven, L.E. 1988. “Physics and Applications of Dip Coating and Spin Coating”. **Better ceramics through chemistry III p. 717–729**.
- Sezer, N. et al. 2018. “Review of Magnesium-Based Biomaterials and Their Applications”. **Journal of Magnesium and Alloys p. 1-21**.
-

- 
- Sheikh, Z. et al. 2015. "Biodegradable Materials for Bone Repair and Tissue Engineering Applications". **MDPI** **2015** p. **5744-5794**.
- Song, Guang-Ling. 2009. "An Irreversible Dipping Sealing Technique for Anodized ZE41 Mg Alloy". **Surface and Coatings Technology** **203** p. **3618-3625**.
- Steele, D. Gentry & Claud A. Bramblett. 1988. **The Anatomy and Biology of the Human Skeleton**. Texas: A&M University
- Sumono A. & Fatmawati D. W. Ayu. 2014. "Review: Penggunaan Matriks Composite Absorbable di Bidang Kedokteran Gigi". **Stomatognathic J. K. G Unej** Vol. **11** No.1 **2014**: **16-22**.
- Tahmasebifar, A. 2015. **Surface Morphology Investigation of a Biodegradable Magnesium Alloy**. Ankara, Turkey. Middle East Technical University.
- Tan, L. et al. 2013. **Biodegradable Materials for Bone Repairs: A Review**. Shenyang, China. Institute of Metal Research.
- Thielemans, W 2009. **Synthesis of Polycaprolactone: a Review**. Nottingham: University of Nottingham.
- Tian, P. et al. 2015. "In Vitro Degradation Behavior and Cytocompatibility of Biodegradable AZ31 Alloy with PEO/HT Composite Coating". **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces** **128** p. **44-54**.
- Tian, P. et al. 2016. "Mussel-Inspired Functionalization of PEO/PCL Composite Coating on a Biodegradable AZ31 Magnesium Alloy". **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces** **141** p. **327-337**.
- Tienen V, et al. 2016. "Development of Biodegradable Hyper-Branched Tissue Adhesives for the Repair of Meniscus Tears". **Acta Biomaterialia** **32** **1-9**.
- Trionfo A. & Arkader A. 2019. **Both Bone Forearm Fractures**. Operative Techniques in Orthopedic.
-

- 
- Vojtech, D. et al. 2014. **Magnesium, Zinc, and Iron Alloys for Medical Applications in Biodegradable Implants**. Prague, Czech Republic. Institute of Chemical Technology.
- Walker, J. et al. 2014. “Magnesium Biomaterials for Orthopedic Application: A Review from a Biological Perspective”. **Biomedical Material Resource. 102 p.1316–1331**.
- Wong, et al. 2010. “A Biodegradable Polymer-based Coating to Control the Performance of Magnesium Alloy Orthopaedic Implants”. **Biomaterials 31 p. 2084 – 2096**.
- Xie, J. et al. 2013. “Controlled Biomineralization of Electrospun Polycaprolactone Fibers to Enhance Their Mechanical Properties”. **Acta Biomaterialia 9 p. 5698-5707**.
- Zberg, B. et al. 2009. “Tensile Properties of Glassy MgZnCa Wires and Reliability Analysis Using Weibull Statistics”**Acta Materialia 57 p. 3223-3231**.
- Zhang, L. et al. 2015. “Advances in Micro Arc Oxidation Coated AZ31 Mg Alloys for Biomedical Applications”. **Journal of Corrosion Science p. 7-28**

## LAMPIRAN

### A. Data Hasil Uji XRF Substrat Mg AZ31B

Unsur	Uji 1 (Wt %)	Uji 2 (Wt %)
Mg	94,8	94,8
Al	3,4	3,4
Si	0,06	0,1
P	0	0
K	0,077	0,08
Ca	0,028	0,044
Cr	0,012	0,003
Mn	0,387	0,375
Fe	0,012	0,0019
Cu	0,028	0,024
Zn	1,21	1,15
Zr	0,001	0,0009

---

**B. Data ICDD****• Magnesium ICDD 00-001-1141****Name and formula**

Reference code:	00-001-1141
Compound name:	Magnesium
PDF index name:	Magnesium
Empirical formula:	Mg
Chemical formula:	Mg

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P63/mmc
Space group number:	194
a (Å):	3.2022
b (Å):	3.2022
c (Å):	5.1991
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Measured density (g/cm <sup>3</sup> ):	1.74
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	46.17
Z:	2.00

RIR: -

**Status, subfiles and quality**

Status:	Marked as deleted by ICDD
Subfiles:	Inorganic
Quality:	Blank (B)

**Comments**

Color:	White
Creation Date:	1/1/1970
Modification Date:	1/1/1970
Deleted Or Rejected By:	Deleted by NBS card
Color:	White
Melting Point:	659.

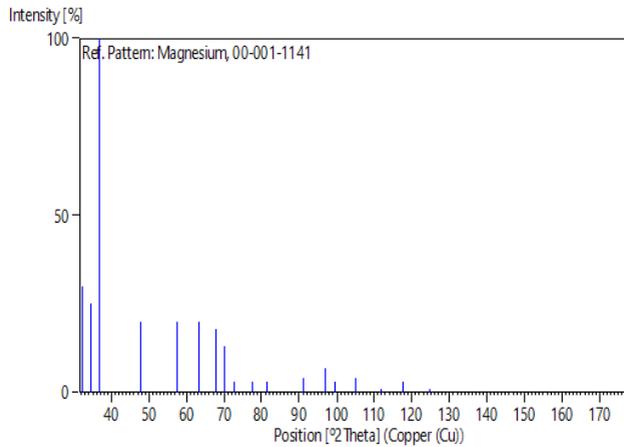
**References**

Primary reference:	Hanawalt, et al., <i>Anal. Chem.</i> , <b>10</b> , 475, (1938)
Optical data:	<i>Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107</i>

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	0	0	2.77000	32.292	30.0
2	0	0	2	2.60000	34.467	25.0
3	1	0	1	2.45000	36.650	100.0
4	1	0	2	1.90000	47.835	20.0
5	1	1	0	1.60000	57.559	20.0
6	1	0	3	1.47000	63.204	20.0
7	2	0	0	1.38000	67.861	18.0
8	2	0	1	1.34000	70.178	13.0
9	0	0	4	1.30000	72.675	3.0
10	2	0	2	1.23000	77.549	3.0
11	1	0	4	1.18000	81.506	3.0
12	2	0	3	1.08000	90.998	4.0
13	2	1	1	1.03000	96.811	7.0
14	1	1	4	1.01000	99.401	3.0
15	2	1	2	0.97000	105.145	4.0
16	3	0	0	0.93000	111.845	1.0
17	2	1	3	0.90000	117.716	3.0
18	3	0	2	0.87000	124.602	1.0
19	3	1	1	0.76000		1.0
20	2	1	5	0.74000		1.0

Stick Pattern



• **Magnesium Oxide ICDD 01-077-2364**

**Name and formula**

Reference code:	01-077-2364
Mineral name:	Periclase, syn
Compound name:	Magnesium Oxide
ICSD name:	Magnesium Oxide
Empirical formula:	MgO
Chemical formula:	MgO

**Crystallographic parameters**

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm-3m
Space group number:	225
a (Å):	4.2090
b (Å):	4.2090
c (Å):	4.2090
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	3.59
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	74.57
Z:	4.00
RIR:	3.04

**Subfiles and quality**

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Corrosion ICSD Pattern Inorganic Mineral Pharmaceutical
Quality:	Calculated (C)

**Comments**

ICSD collection code:	060692
Creation Date:	1/1/1970
Modification Date:	1/1/1970
ICSD Collection Code:	060692
Test from ICSD:	At least one TF missing
Test from ICSD:	No R value given
Additional Patterns:	See PDF 01-078-0430 and PDF 00-043-1022
Test from ICSD:	Calc. density unusual but tolerable

Calculated Pattern Original Remarks: Halite phase

Note on oxide systems pertaining to steel - making furnace slags:  
MgO-MnO. b a (FM3-M). AX.

FeO-MnO, FeO-MgO, CaO-MnO,

### References

Primary reference:  
Structure:

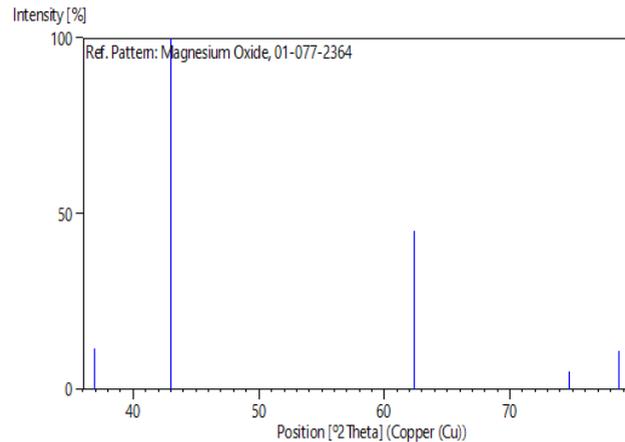
*Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)*

Jay, A.H., Andrews, K.W., *J. Iron Steel Inst., London*, **152**, 15, (1946)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2.43007	36.962	11.5
2	2	0	0	2.10450	42.941	100.0
3	2	2	0	1.48811	62.348	45.1
4	3	1	1	1.26906	74.744	5.0
5	2	2	2	1.21503	78.688	11.0

### Stick Pattern



## • Magnesium Phosphate ICDD 00-022-1152

### Name and formula

Reference code:	00-022-1152
Compound name:	Magnesium Phosphate
PDF index name:	Magnesium Phosphate
Empirical formula:	Mg <sub>2</sub> O <sub>7</sub> P <sub>2</sub>
Chemical formula:	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	P21/c
Space group number:	14
a (Å):	6.8910
b (Å):	8.2950
c (Å):	9.0720
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	113.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	3.10
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	477.34
Z:	4.00
RIR:	-

### Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
Subfiles:	Inorganic
Quality:	Indexed (I)

### Comments

Creation Date:	1/1/1970
Modification Date:	1/1/1970
Deleted Or Rejected By:	Deleted by 32-626.

### References

Primary reference:	<i>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 9, 73, (1971)</i>
Unit cell:	Calvo., <i>Acta Crystallogr.</i> , <b>23</b> , 289, (1967)

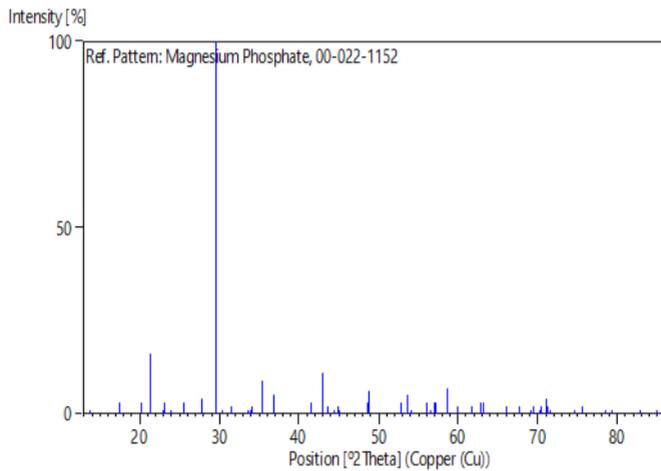
---

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	6.42000	13.782	1.0
2	-1	1	1	5.09000	17.409	3.0
3	-1	0	2	4.37000	20.305	3.0
4	0	2	0	4.15000	21.394	16.0
5	-1	1	2	3.86000	23.022	1.0
6	1	1	1	3.84000	23.144	3.0
7	0	2	1	3.71000	23.967	1.0
8	-1	2	1	3.49000	25.502	3.0
9	-2	0	2	3.21000	27.769	4.0
10	-1	2	2	3.01000	29.655	100.0
11	0	2	2	2.94400	30.336	1.0
12	-1	1	3	2.83800	31.498	2.0
13	-2	2	1	2.67100	33.524	1.0
14	0	1	3	2.63900	33.942	1.0
15	0	3	1	2.62400	34.142	2.0
16	-1	3	1	2.54000	35.308	9.0
17	-1	2	3	2.43400	36.900	5.0
18	-2	0	4	2.17400	41.504	3.0
19	-2	1	4	2.10000	43.038	11.0
20	0	4	0	2.07400	43.605	2.0
21	-1	3	3	2.04000	44.370	1.0
22	0	1	4	2.01600	44.927	2.0
23	0	4	1	2.01200	45.021	1.0
24	-1	4	2	1.87300	48.569	3.0
25	0	2	4	1.86500	48.791	6.0
26	-3	2	4	1.73000	52.880	3.0
27	-1	4	3	1.70700	53.649	5.0
28	-3	3	3	1.69300	54.129	1.0
29	1	2	4	1.64100	55.992	2.0
30	-2	4	3	1.63800	56.103	3.0
31	0	5	1	1.62700	56.517	1.0
32	3	1	2	1.61400	57.013	3.0
33	-1	5	1	1.60700	57.285	3.0
34	-4	1	4	1.57400	58.601	7.0
35	0	5	2	1.54100	59.983	2.0
36	-2	4	4	1.50300	61.662	2.0
37	-2	5	2	1.47600	62.917	3.0
38	0	4	4	1.47100	63.156	3.0
39	3	3	2	1.41300	66.070	2.0
40	0	6	0	1.38300	67.694	2.0
41	-1	4	5	1.35800	69.115	1.0
42	1	4	4	1.35300	69.407	2.0
43	-1	5	4	1.33800	70.299	1.0
44	1	5	3	1.33500	70.480	2.0
45	-4	4	2	1.32500	71.092	4.0
46	4	0	2	1.32200	71.278	2.0
47	-1	6	2	1.31800	71.528	1.0
48	2	1	5	1.27000	74.679	1.0
49	1	6	2	1.25600	75.656	2.0
50	-3	2	7	1.21700	78.536	1.0
51	-1	4	6	1.20800	79.236	1.0
52	1	7	0	1.16500	82.783	1.0
53	0	7	2	1.14000	85.017	1.0

---

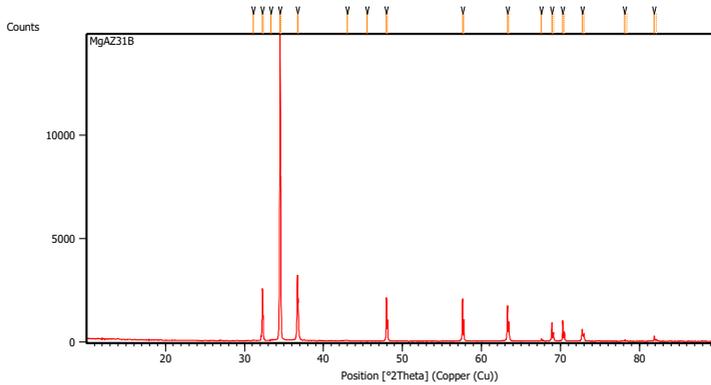
---

### Stick Pattern



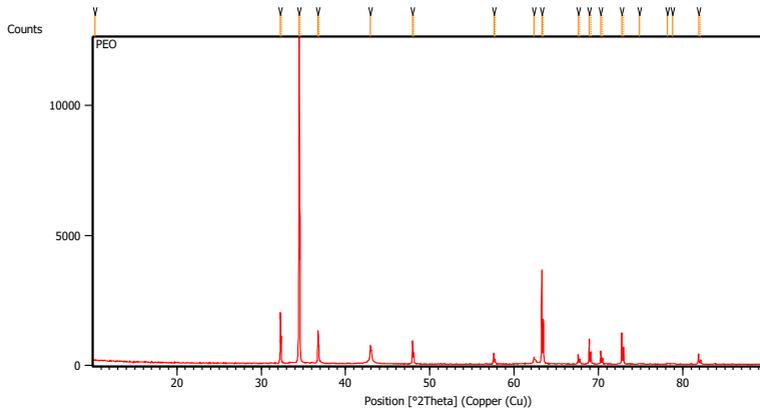
## C. Hasil Pengujian XRD

- **Base Metal (Mg AZ31B)**



Pos. [°2Th]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
31.1360	23.23	0.2007	2.87253	0.16
32.2963	2529.35	0.0816	2.76964	16.98
32.3944	1118.40	0.0408	2.76834	7.51
33.3432	55.89	0.1224	2.68504	0.38
34.5061	14895.91	0.0816	2.59716	100.00
34.6093	7039.09	0.0408	2.59609	47.26
36.6999	3185.96	0.0816	2.44679	21.39
36.8034	1956.32	0.0408	2.44621	13.13
43.0255	30.45	0.4896	2.10058	0.20
45.5220	26.92	0.0612	1.99101	0.18
47.9882	2105.58	0.0816	1.89429	14.14
48.1220	1046.10	0.0612	1.89403	7.02
57.6061	2048.53	0.0816	1.59879	13.75
57.7640	1043.78	0.0612	1.59876	7.01
63.2978	1767.46	0.1020	1.46804	11.87
63.4797	920.40	0.0816	1.46791	6.18
67.5906	102.25	0.1020	1.38486	0.69
68.9176	868.52	0.0816	1.36140	5.83
69.1118	434.45	0.0816	1.36142	2.92
70.2995	998.30	0.0612	1.33799	6.70
70.5026	456.36	0.0816	1.33794	3.06
72.7527	587.21	0.1224	1.29880	3.94
72.9657	311.39	0.0816	1.29875	2.09
78.1457	71.83	0.0816	1.22210	0.48
78.3847	35.25	0.0816	1.22200	0.24
81.8710	257.06	0.1020	1.17565	1.73
82.1187	125.14	0.1020	1.17565	0.84

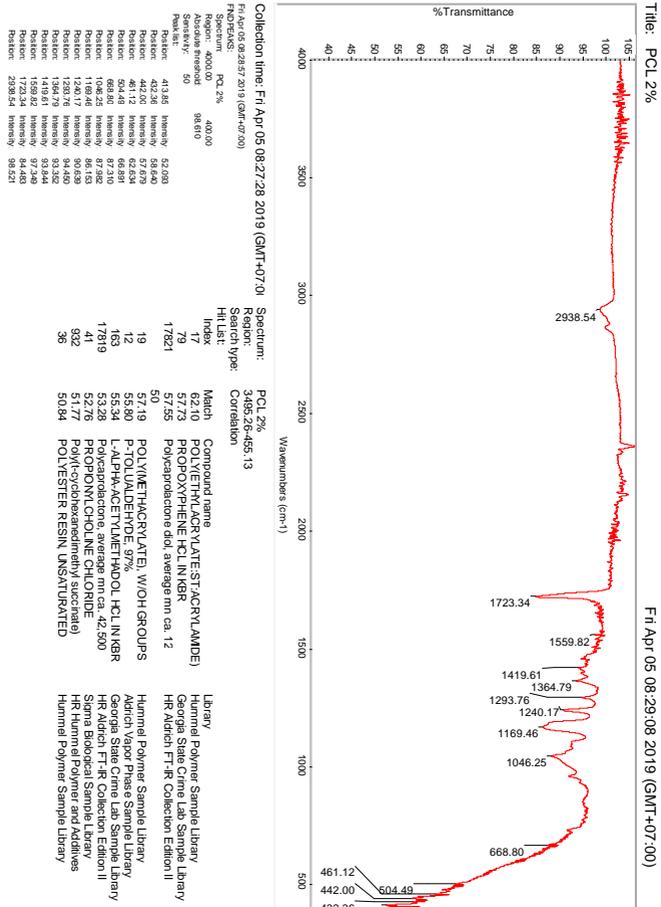
- **Hasil Coating PEO**



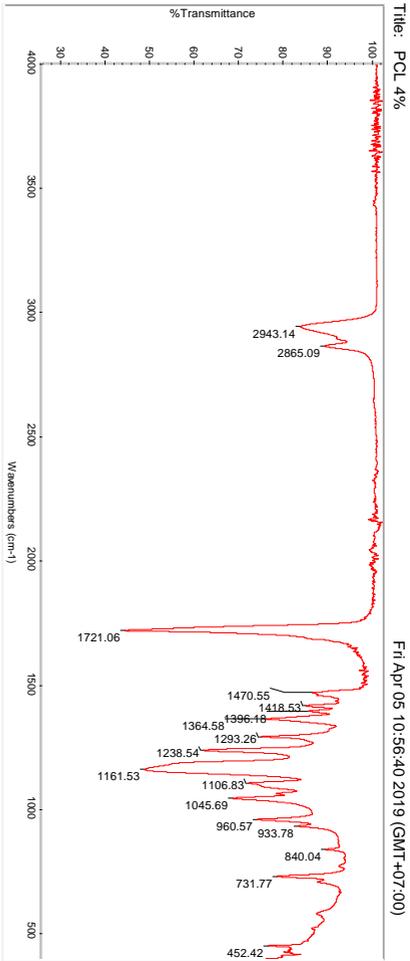
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.2827	32.76	0.4015	8.60297	0.26
32.2897	1925.93	0.0612	2.77019	15.31
32.3880	943.47	0.0612	2.76887	7.50
34.5053	12579.89	0.0612	2.59722	100.00
34.6058	5745.33	0.0408	2.59634	45.67
36.7295	1197.76	0.0816	2.44489	9.52
36.8426	680.58	0.0612	2.44370	5.41
42.9516	698.03	0.1020	2.10402	5.55
47.9660	874.95	0.0612	1.89511	6.96
48.1017	420.10	0.0816	1.89478	3.34
57.5982	419.14	0.0816	1.59899	3.33
57.7537	193.64	0.0612	1.59902	1.54
62.3550	206.79	0.0612	1.48795	1.64
63.2992	3614.64	0.0816	1.46801	28.73
63.4755	1719.15	0.0816	1.46800	13.67
67.6107	373.19	0.0816	1.38450	2.97
67.8017	213.53	0.0816	1.38450	1.70
68.9154	959.37	0.0816	1.36144	7.63
69.1116	483.58	0.0612	1.36143	3.84
70.2912	504.49	0.0816	1.33812	4.01
70.4929	233.31	0.0816	1.33811	1.85
72.7769	1211.52	0.0816	1.29842	9.63
72.9862	655.16	0.0816	1.29844	5.21
74.8469	16.21	0.6528	1.26756	0.13
78.1839	52.44	0.0612	1.22160	0.42
78.7778	33.60	0.4080	1.21387	0.27
81.8810	398.65	0.1020	1.17554	3.17

#### D. Data Pengujian FTIR

- **PEO + PCL 2%**



- **PEO + PCL 4%**



Collection time: Fri Apr 05 09:31:22 2019 (GMT+07:00)

File Name: F:\Apr 05 10:56:40 2019 (GMT+07:00)

Specimen: PCL 4%

Region: PCL 4% 420.00

Scan Number: 61988

Start/Stop: 50

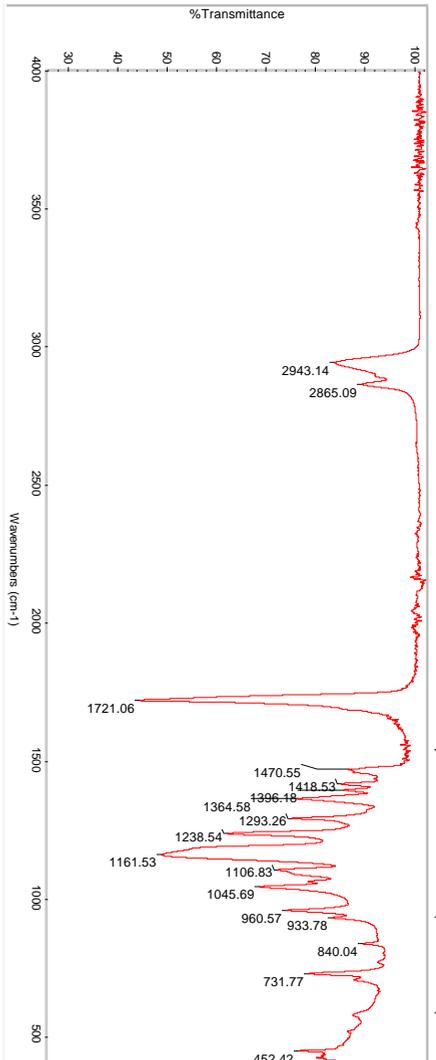
Peak List:

Position	452.42 Intensity	76.437
Position: 731.77 Intensity:	88.406	78.489
Position: 840.04 Intensity:	88.406	78.489
Position: 933.78 Intensity:	88.406	78.489
Position: 960.57 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1045.69 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1106.83 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1161.53 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1238.54 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1293.26 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1364.56 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1418.53 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1470.55 Intensity:	88.406	78.489
Position: 1721.06 Intensity:	88.406	78.489
Position: 2865.09 Intensity:	88.406	78.489
Position: 2943.14 Intensity:	88.406	78.489

Index	Match	Compound name	Library
17821	64.45	Polycaprolactone diol, average m.n. ca. 12	HR Aldrich FT-R Collection Edition II
17823	61.83	Polycaprolactone triol, average m.n. ca. 9	HR Aldrich FT-R Collection Edition II
678	61.83	Poly(ε-caprolactone) triol, m.n.w. 900	HR Nicotol Sampler Library
17938	59.86	Poly(isobornyl methacrylate), average MW	HR Aldrich FT-R Collection Edition II
12	58.54	POULUADLDEHPDE 97%	Aldrich Vapor Phase Sample Library
777	57.71	Polymer based on ethylene terephthalate	HR Nicotol Sampler Library
932	57.70	Poly(cyclohexanemethyl succinate)	HR Hummel Polymer and Additives
778	57.62	Polymer of aromatic ester	HR Nicotol Sampler Library
525	57.08	Polyester, unsat'd isophthalate	HR Hummel Polymer and Additives

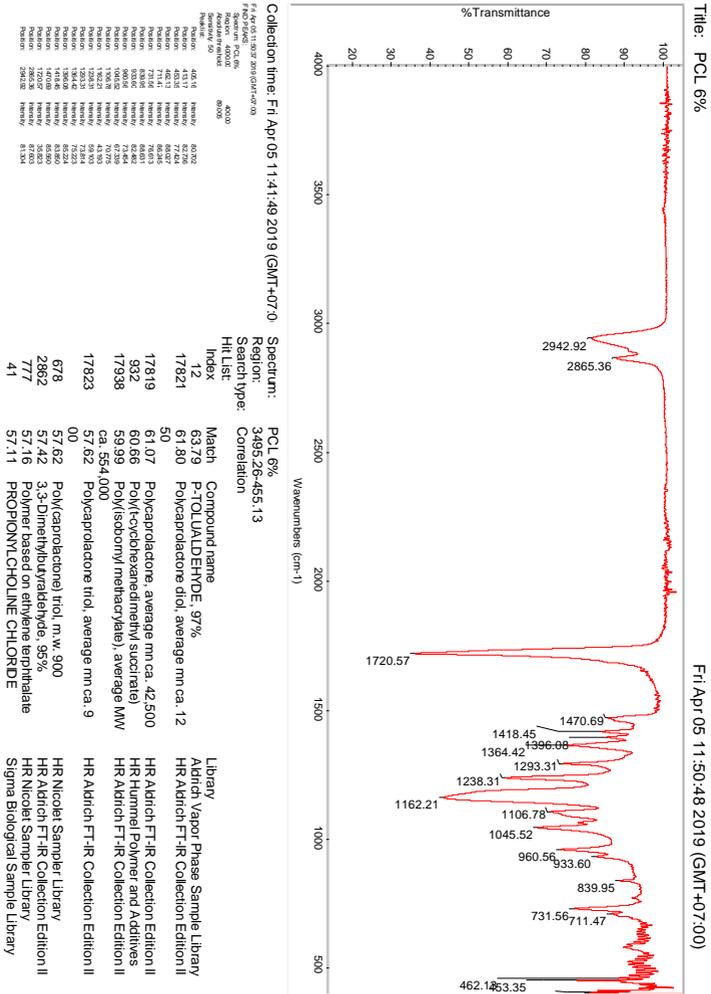
Title: PCL 4%

Fri Apr 05 10:56:40 2019 (GMT+07:00)

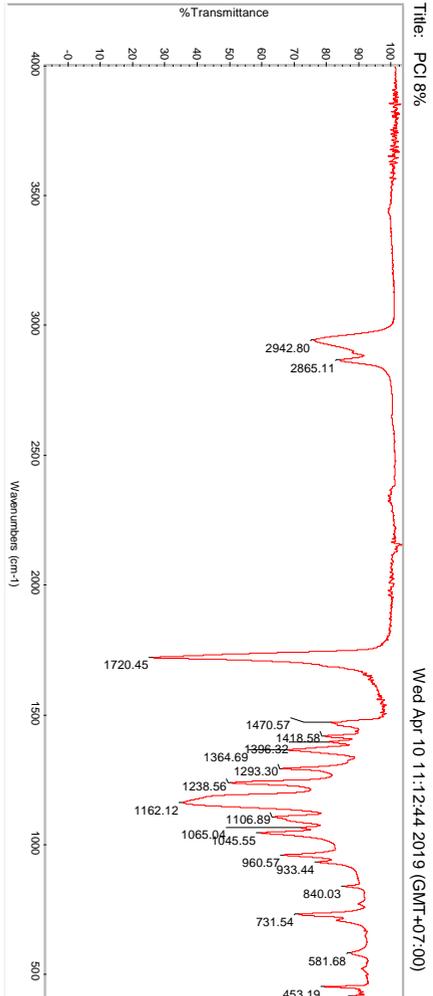


Position	Intensity	Region	Match	Compound name	Library
452.42	76.437		66.01	Polycaprolactone, average m. ca. 42,500	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
731.77	78.489		64.45	Polycaprolactone diol, average m. ca. 12	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
840.04	88.405		61.83	Polycaprolactone triol, average m. ca. 9	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
960.57	74.004		61.83	Poly(caprolactone) (triol, m.w. 900	HR Nicolet Sampler Library
1045.69	68.382		59.66	Poly(isobornyl methacrylate), average MW	HR Aldrich FT-IR Collection Edition II
1106.83	74.880		ca. 554,000	P-TOLUALDEHYDE, 97%	Abrich Vapor Phase Sample Library
1161.53	74.880		59.26	Polymer based on ethylene terephthalate	HR Nicolet Sampler Library
1238.54	74.880		57.71	Poly(t-cyclohexanedimethyl succinate)	HR Hummel Polymer and Additives
1293.26	61.933		57.62	Polymer of aromatic ester	HR Nicolet Sampler Library
1364.58	74.880		57.08	Polyester, unsat'd isophthalate	HR Hummel Polymer and Additives
1418.53	74.880				
1436.18	74.880				
1470.55	74.880				
1511.53	74.880				
1596.18	74.880				
1601.53	74.880				
1611.53	74.880				
1621.53	74.880				
1631.53	74.880				
1641.53	74.880				
1651.53	74.880				
1661.53	74.880				
1671.53	74.880				
1681.53	74.880				
1691.53	74.880				
1701.53	74.880				
1711.53	74.880				
1721.06	74.880				
1731.53	74.880				
1741.53	74.880				
1751.53	74.880				
1761.53	74.880				
1771.53	74.880				
1782.1	74.880				
1793.8	74.880				
1804.5	74.880				
1815.2	74.880				
1825.9	74.880				
1836.6	74.880				
1847.3	74.880				
1858.0	74.880				
1868.7	74.880				
1879.4	74.880				
1890.1	74.880				
1900.8	74.880				
1911.5	74.880				
1922.2	74.880				
1932.9	74.880				
1943.6	74.880				
1954.3	74.880				
1965.0	74.880				
1975.7	74.880				
1986.4	74.880				
1997.1	74.880				
2007.8	74.880				
2018.5	74.880				
2029.2	74.880				
2039.9	74.880				
2050.6	74.880				
2061.3	74.880				
2072.0	74.880				
2082.7	74.880				
2093.4	74.880				
2104.1	74.880				
2114.8	74.880				
2125.5	74.880				
2136.2	74.880				
2146.9	74.880				
2157.6	74.880				
2168.3	74.880				
2179.0	74.880				
2189.7	74.880				
2200.4	74.880				
2211.1	74.880				
2221.8	74.880				
2232.5	74.880				
2243.2	74.880				
2253.9	74.880				
2264.6	74.880				
2275.3	74.880				
2286.0	74.880				
2296.7	74.880				
2307.4	74.880				
2318.1	74.880				
2328.8	74.880				
2339.5	74.880				
2350.2	74.880				
2360.9	74.880				
2371.6	74.880				
2382.3	74.880				
2393.0	74.880				
2403.7	74.880				
2414.4	74.880				
2425.1	74.880				
2435.8	74.880				
2446.5	74.880				
2457.2	74.880				
2467.9	74.880				
2478.6	74.880				
2489.3	74.880				
2500.0	74.880				
2510.7	74.880				
2521.4	74.880				
2532.1	74.880				
2542.8	74.880				
2553.5	74.880				
2564.2	74.880				
2574.9	74.880				
2585.6	74.880				
2596.3	74.880				
2607.0	74.880				
2617.7	74.880				
2628.4	74.880				
2639.1	74.880				
2649.8	74.880				
2660.5	74.880				
2671.2	74.880				
2681.9	74.880				
2692.6	74.880				
2703.3	74.880				
2714.0	74.880				
2724.7	74.880				
2735.4	74.880				
2746.1	74.880				
2756.8	74.880				
2767.5	74.880				
2778.2	74.880				
2788.9	74.880				
2799.6	74.880				
2810.3	74.880				
2821.0	74.880				
2831.7	74.880				
2842.4	74.880				
2853.1	74.880				
2863.8	74.880				
2874.5	74.880				
2885.2	74.880				
2895.9	74.880				
2906.6	74.880				
2917.3	74.880				
2928.0	74.880				
2938.7	74.880				
2949.4	74.880				

• **PEO + PCL 6%**

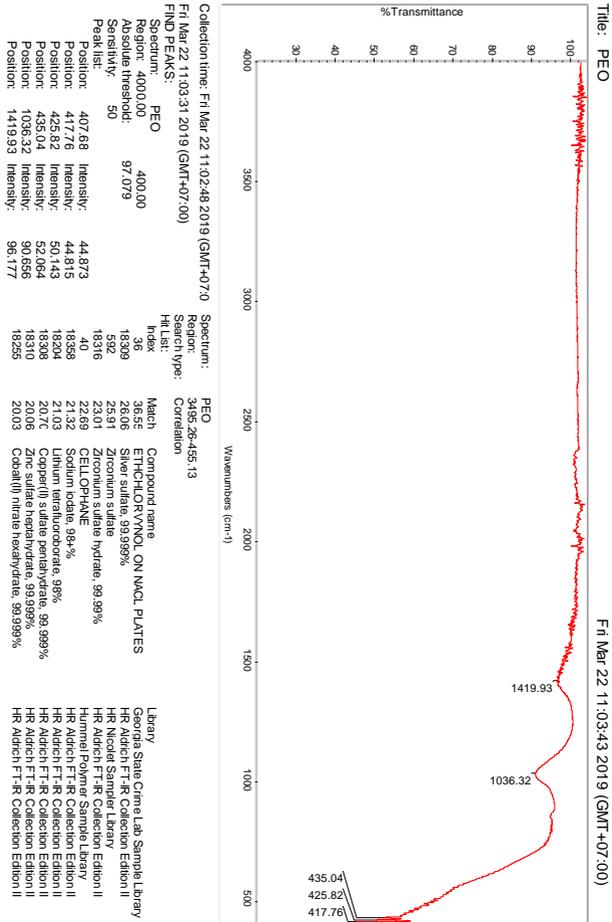


• PEO + PCL 8%



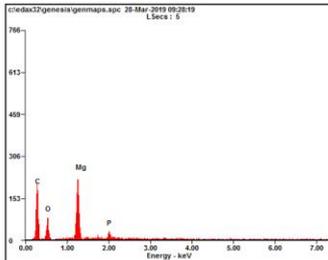
Index	Wavenumber (cm⁻¹)	Match	Compound name	Library
17821	1720.45	50	Polycaprolactone diol, average m. ca. 12	HR Albrich FT-R Collection Edition II
12	1719	63.77	P-TOLUALDEHYDE, 97%	Aldrich Vapor Phase Sample Library
17819	1624.2	62.42	Polycaprolactone, average m. ca. 42.500	HR Albrich FT-R Collection Edition II
932	1619.0	61.90	Poly(ε-cyclohexanemethyl succinate)	HR Hummel Polymer and Additives
17938	1610.3	61.03	Poly(isobornyl methacrylate), average MW	HR Albrich FT-R Collection Edition II
2862	1593.9	59.93	3,3-Dimethylbutyraldehyde, 95%	HR Albrich FT-R Collection Edition II
17823	1588.1	58.81	Polycaprolactone triol, average m. ca. 9	HR Albrich FT-R Collection Edition II
678	1581.9	58.81	Poly(caprolactone) triol, m. w. 900	HR Nicolet Sampler Library
777	1578.6	57.86	Polymer based on ethylene terephthalate	HR Nicolet Sampler Library
1394	1577.7	57.77	Hexyl methacrylate	HR Hummel Polymer and Additives

- **PEO**

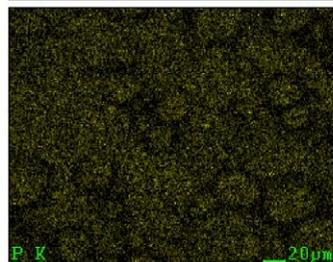
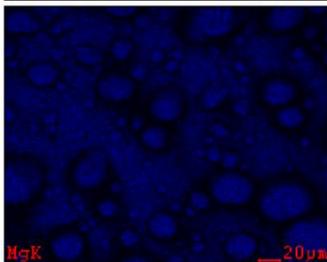
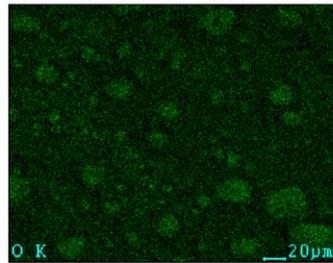
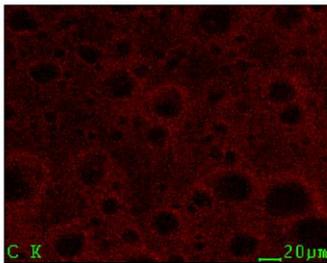


E. **Data Pengujian EDX dan Element Mapping**

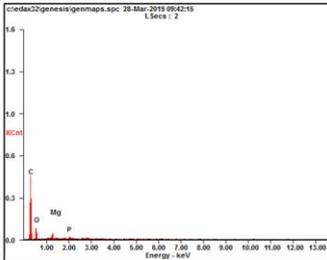
- **PEO + PCL 2%**



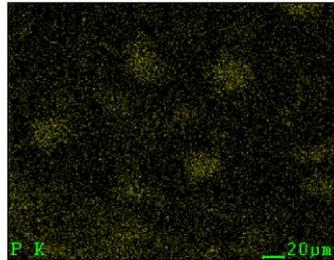
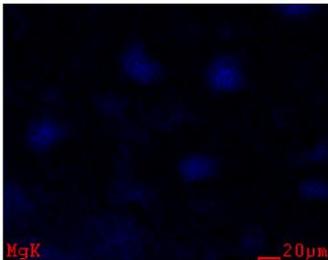
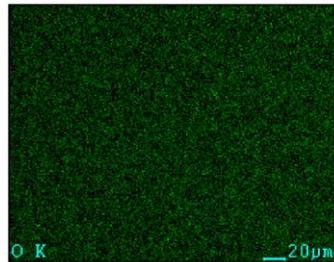
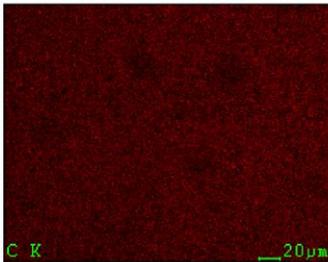
Element	Wt%	At%
<i>CK</i>	48.29	60.28
<i>OK</i>	25.65	24.04
<i>MgK</i>	23.09	14.24
<i>PK</i>	02.97	01.44
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



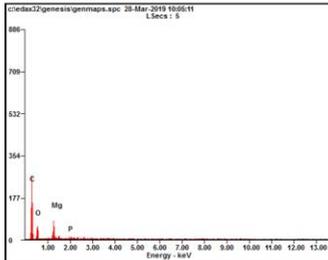
• **PEO + PCL 4%**



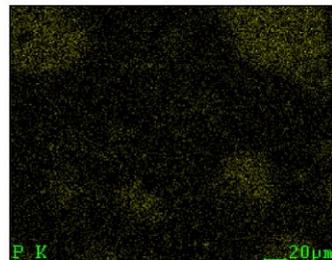
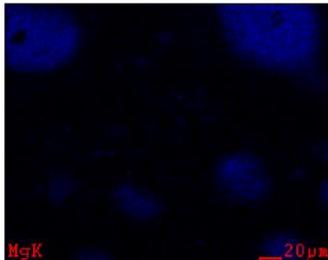
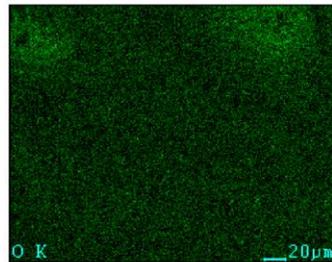
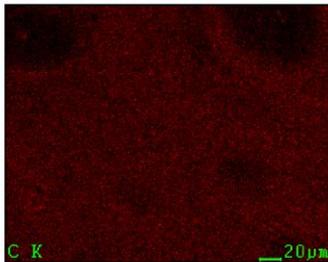
Element	Wt%	At%
CK	62.09	70.07
OK	31.00	26.26
MgK	05.40	03.01
PK	01.51	00.66
Matrix	Correction	ZAF



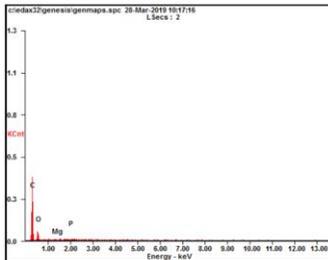
• **PEO + PCL 6%**



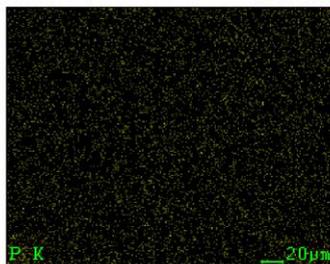
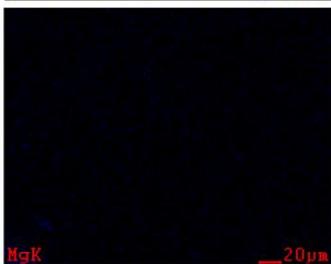
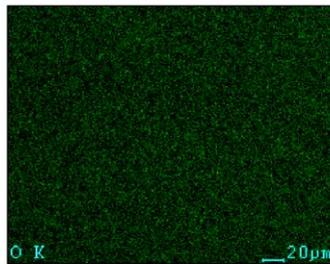
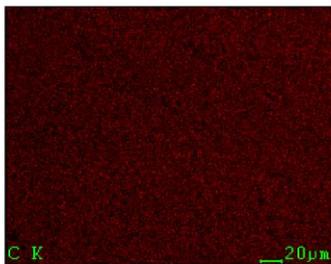
Element	Wt%	At%
CK	56.42	65.69
OK	31.48	27.52
MgK	10.80	06.21
PK	01.30	00.59
Matrix	Correction	ZAF



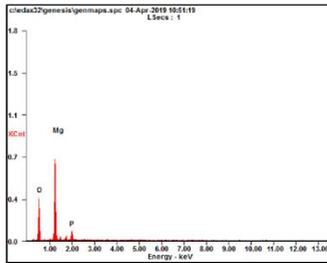
- **PEO + PCL 8%**



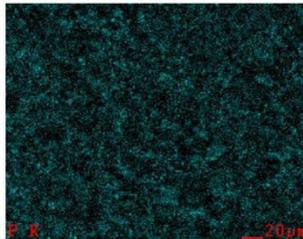
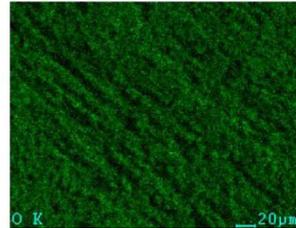
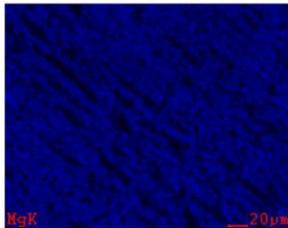
Element	Wt%	At%
CK	60.51	67.41
OK	38.19	31.93
MgK	00.83	00.46
PK	00.47	00.20
Matrix	Correction	ZAF



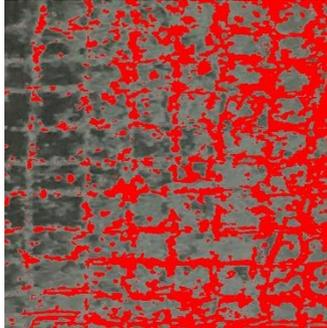
• PEO



Element	Wt%	At%
OK	40.05	51.08
MgK	52.24	43.84
PK	07.71	05.08
Matrix	Correction	ZAlf



---

**F. Perhitungan Luas Daerah Terkelupas Tape Test****• Konsentrasi PCL 2%**

Total Area	Average Size	% Area	Mean
127957	263.548	34.46	143.083

**• Konsentrasi PCL 4%**

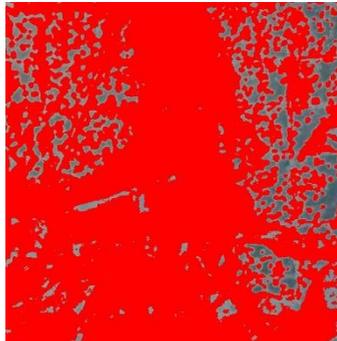
Total Area	Average Size	% Area	Mean
127957	947.830	45.985	136.488

- **Konsentrasi PCL 6%**



Total Area	Average Size	% Area	Mean
404856	2065.592	66.12	156.743

- **Konsentrasi PCL 8%**



Total Area	Average Size	% Area	Mean
384765	3015.901	80.718	161.625

### G. Perhitungan Laju Degradasi

- $\rho$  AZ31B = 1,78 g/cm<sup>3</sup>
- $\rho$  PCL = 1.145 g/cm<sup>3</sup>
- weight loss = (massa awal – massa akhir) / jumlah hari
- Laju degradasi per tahun

$$PD/T = \sqrt[3]{\frac{r_1 \times 365}{\rho \times A}}$$

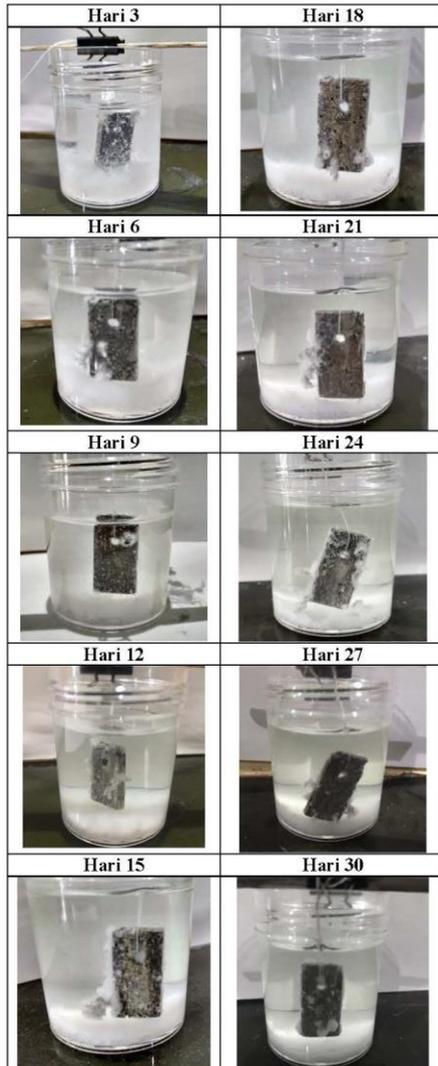
Spesimen	Massa Awal (gr)	Massa Akhir (gr)	Hari	Laju Degradasi (g/hari)
Mg AZ31B	1.2786	1.2241	3	0.018
	1.2241	1.1876	6	0.012
	1.1876	1.1275	9	0.020

- Hari 3:  $PD/T = \frac{\sqrt[3]{0.0043 \times 365}}{1.78 \times 10.08}$   
= 4.3494 mm/year
- Hari 6:  $PD/T = \frac{\sqrt[3]{0.00293 \times 365}}{1.78 \times 10.08}$   
= 3.8188 mm/year
- Hari 9:  $PD/T = \frac{\sqrt[3]{0.0067 \times 365}}{1.78 \times 10.08}$   
= 5.0295 mm/year
- Rata- Rata  
(4.3494+3.8188+5.0295)/3 = 4.3963 mm/year

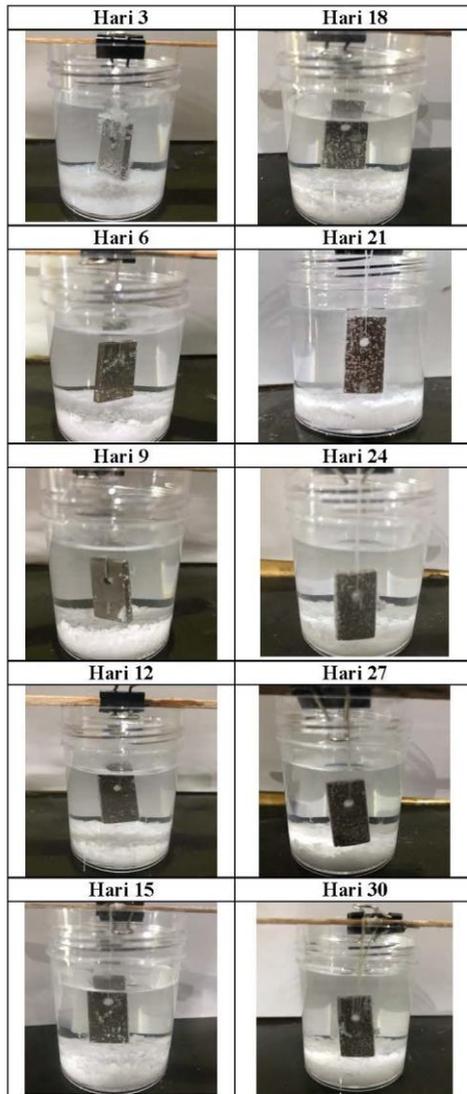
- **Data Pengujian Weight Loss (mm/year)**

Spesimen/Berat (gr)	PEO	PCL 2%	PCL 4%	PCL 6%	PCL 8%	Mg
	Weight	Weight	Weight	Weight	Weight	Weight
i-0	1.3375	1.2228	1.374	1.3163	1.2773	1.2355
i-3	1.2895	1.1951	1.3637	1.3078	1.271	1.2014
i-6	1.277	1.1806	1.3547	1.2992	1.2696	1.1187
i-9	1.2668	1.1687	1.3504	1.2959	1.2681	1.041
i-12	1.2535	1.1572	1.3435	1.2897	1.2678	1.011
i-15	1.2401	1.1475	1.339	1.2854	1.263	0.971
i-18	1.2273	1.1412	1.3352	1.2817	1.2611	0.9352
i-21	1.2145	1.1316	1.3289	1.2796	1.2596	0.8926
i-24	1.1981	1.1219	1.3212	1.2755	1.2574	0.8645
i-27	1.1852	1.1156	1.3145	1.2731	1.2544	0.8401
i-30	1.1712	0.9786	1.3089	1.2716	1.2513	0.8131
Pengurangan Berat 3 hari	0.016	0.009233333	0.003433333	0.0028333	0.0021	0.01136667
Pengurangan Berat 6 hari	0.004166667	0.004833333	0.003	0.0028667	0.00046667	0.02756667
Pengurangan Berat 9 hari	0.0034	0.003966667	0.001433333	0.0011	0.0005	0.0259
Pengurangan Berat 12 hari	0.004433333	0.003833333	0.0023	0.0020667	0.00010	0.01
Pengurangan Berat 15 Hari	0.004466667	0.003233333	0.0015	0.0014333	0.0016	0.01333333
Pengurangan Berat 18 Hari	0.004266667	0.0021	0.00126667	0.0012333	0.00063333	0.01193333
Pengurangan Berat 21 Hari	0.004266667	0.0032	0.0021	0.0007	0.0005	0.0142
Pengurangan Berat 24 Hari	0.005466667	0.003233333	0.00256667	0.0013667	0.00073333	0.00936667
Pengurangan Berat 27 Hari	0.0043	0.0021	0.00223333	0.0008	0.001	0.00813333
Pengurangan Berat 30 Hari	0.004666667	0.045666667	0.00186667	0.0005	0.00103333	0.009
CR 3 hari	6.722379556	5.596749558	4.02459045	3.7749881	3.41630104	5.99828933
CR 6 hari	4.292852385	4.510575446	3.84760181	3.7897343	2.06927699	8.05893749
CR 9 hari	4.011523505	4.223037499	3.00791414	2.7538943	2.11741688	7.89313669
CR 12 hari	4.382546145	4.175180262	3.52148342	3.3981289	1.2382729	5.74755367
CR 15 hari	4.393502556	3.944874537	3.05384358	3.0079141	3.12025219	6.32600136
CR 18 hari	4.326924067	3.416301045	2.88649283	2.8609473	2.29101088	6.09635562
CR 21 hari	4.326924067	3.931271413	3.41630104	2.3687308	2.11741688	6.46019782
CR 27 hari	4.699560375	3.944874537	3.65263429	2.9605375	2.40574824	5.62356074
CR 30 hari	4.338162881	3.416301045	3.48712529	2.4765458	2.66777809	5.365035
Rata-rata CR	4.610486171	4.128796149	3.43310965	3.0434913	2.38260823	6.39656308

- **Penampilan Visual Mg AZ31B**

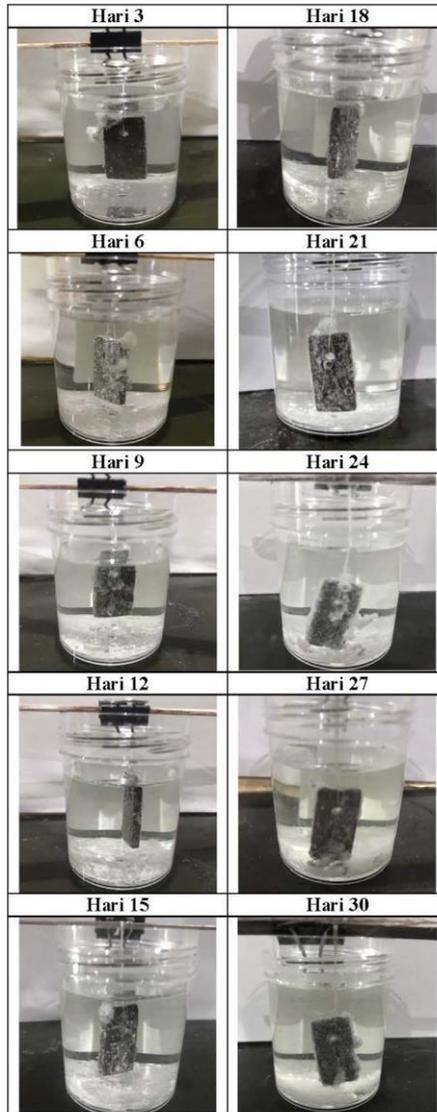


• **Penampilan Visual PEO**

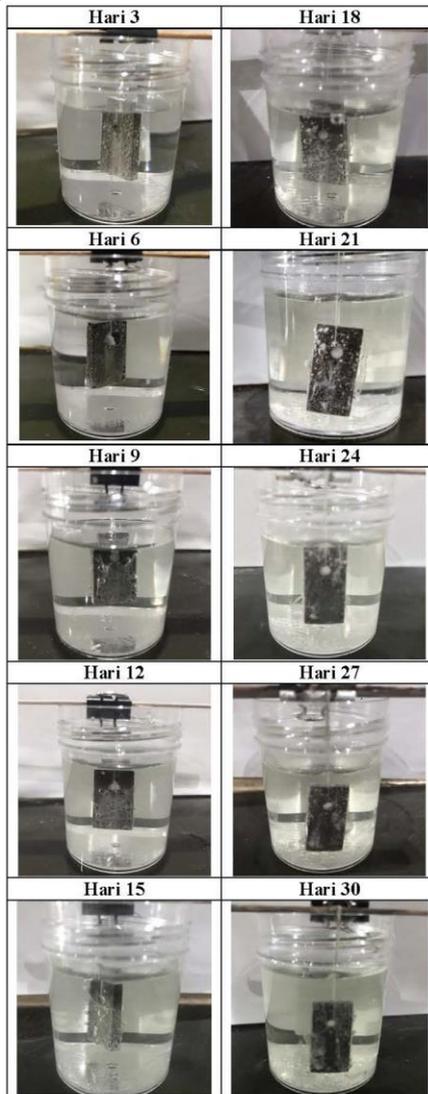


---

- **Penampilan Visual PCL 2%**

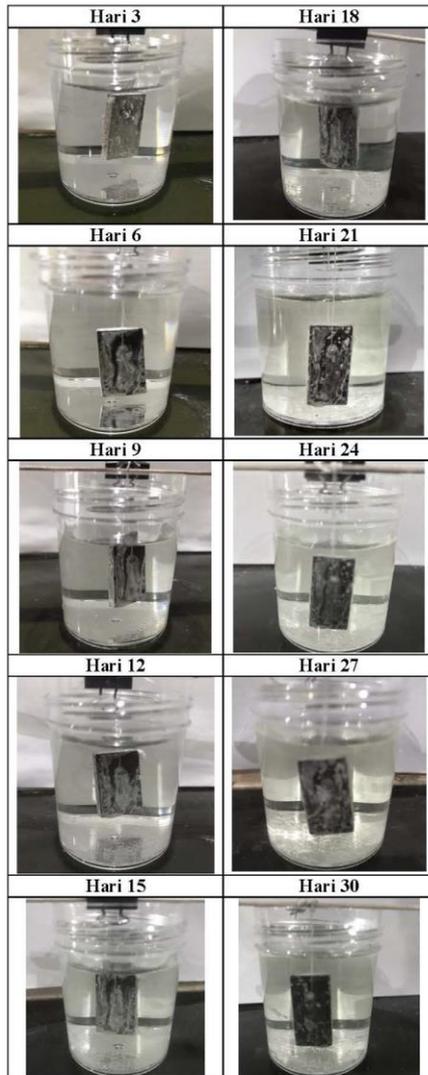


• Penampilan Visual PCL 4%

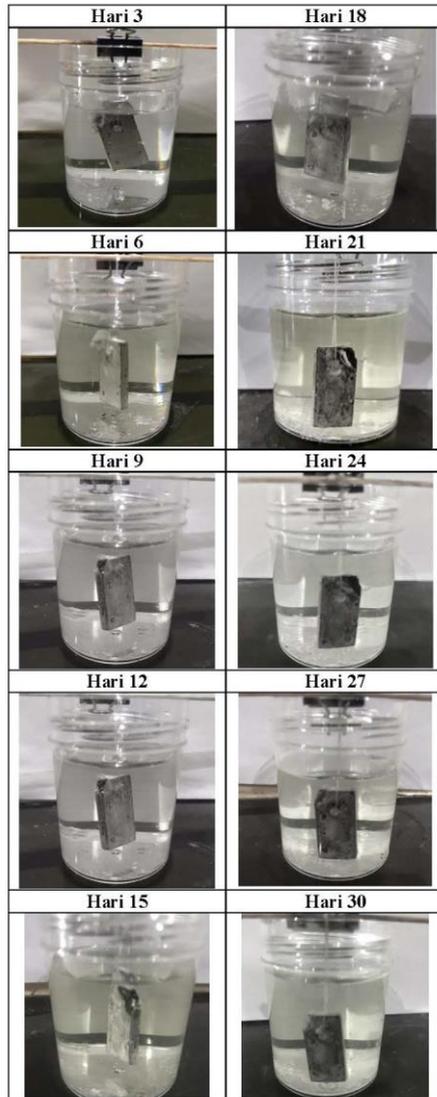


---

- **Penampilan Visual PCL 6%**



• Penampilan Visual PCL 8%



---

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## UCAPAN TERIMA KASIH

Pada pengerjaan tugas akhir ini penulis banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak, pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Orang Tua dan Kakak penulis yang telah menjadi sumber motivasi dalam pembuatan laporan ini, serta telah mendukung secara moril maupun materiil, dan doa yang selalu dipanjatkan demi kesehatan, keselamatan, dan kelancaran dalam mengerjakan Laporan Tugas Akhir.
2. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Teknik Material FTI ITS.
3. Fikri Muafa, S.T, dan Wahyu Pambudi, S.T., yang telah membantu dan memberi saran teknis pada penulis demi keberlangsungan tugas akhir.
4. Muhammad Ihsan Prayogo yang telah menjadi teman seperjuangan dalam pengerjaan tugas akhir.
5. Hardina Putri Kinanty Zulayka yang telah memberi bantuan moral dan saran pada pengerjaan tugas akhir.
6. Teman-teman fungsio dan staff HMMT FTI-ITS sebagai tempat penulis untuk belajar dan mengisi hari-hari penulis sehingga mendapatkan pengalaman yang sangat berkesan
7. Keluarga MT 17 yang penulis sayangi, yang telah menemani dan memberikan banyak pengalaman berhargaselama jenjang perkuliahan ini.
8. seluruh pihak yang belum bisa dituliskan satu per satu oleh penulis. Terimakasih atas dukungan dan bantuan teman - teman sekalian.

*(Halaman ini sengaja di kosongkan)*

## BIOGRAFI PENULIS



Penulis lahir di Medan pada tanggal 23 Agustus 1997 dari bapak bernama Wachid Aziz dan ibu bernama Niniek Indrayati. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Hobi penulis diantaranya berlari, membaca buku dan bermain *games*. Penulis menyelesaikan pendidikannya di TK Aisyah 31 Surabaya 2002-2003, SD Muhammadiyah 15 Surabaya pada tahun 2003-2009, SMP Muhammadiyah 5 Surabaya pada tahun 2009-2012, SMAN 14 Surabaya pada tahun 2012-2015 dan perguruan tinggi di Departemen Teknik Material Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) tahun 2015-2019. Semasa kuliah penulis aktif di organisasi HMMT FTI-ITS sebagai kepala departemen hubungan luar, sebuah organisasi yang berfokus pada pengembangan keprofesian dibidang teknik material dan metalurgi dan ANTASENA ITS sebagai non-technical manager, yang merupakan organisasi yang bertujuan untuk mengembangkan riset dan teknologi di bidang *renewable energy* untuk kemajuan bangsa. Pengalaman kerja praktek yang pernah dilakukan penulis yaitu di PT. Chevron Indonesia Company pada divisi *Reability and Asset Integrity* mengenai *failure and repair analysis* pada *offshore platform*. Saat ini penulis tinggal di Perumahan Babatan Pratama Blok NN-65 Surabaya. Penulis dapat dihubungi melalui email [Rafiandyef@gmail.com](mailto:Rafiandyef@gmail.com)

*(Halaman ini sengaja di kosongkan)*



