

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Proses penelitian dilakukan pada Maret—Juni 2024 di gedung material 224 Badan Riset Nasional KST BJ Habibie, Jalan Kw. Puspiptek, Muncul, Kecamatan Setu, Kota Tangerang Selatan, Banten 15314, Jawa Barat, Indonesia.

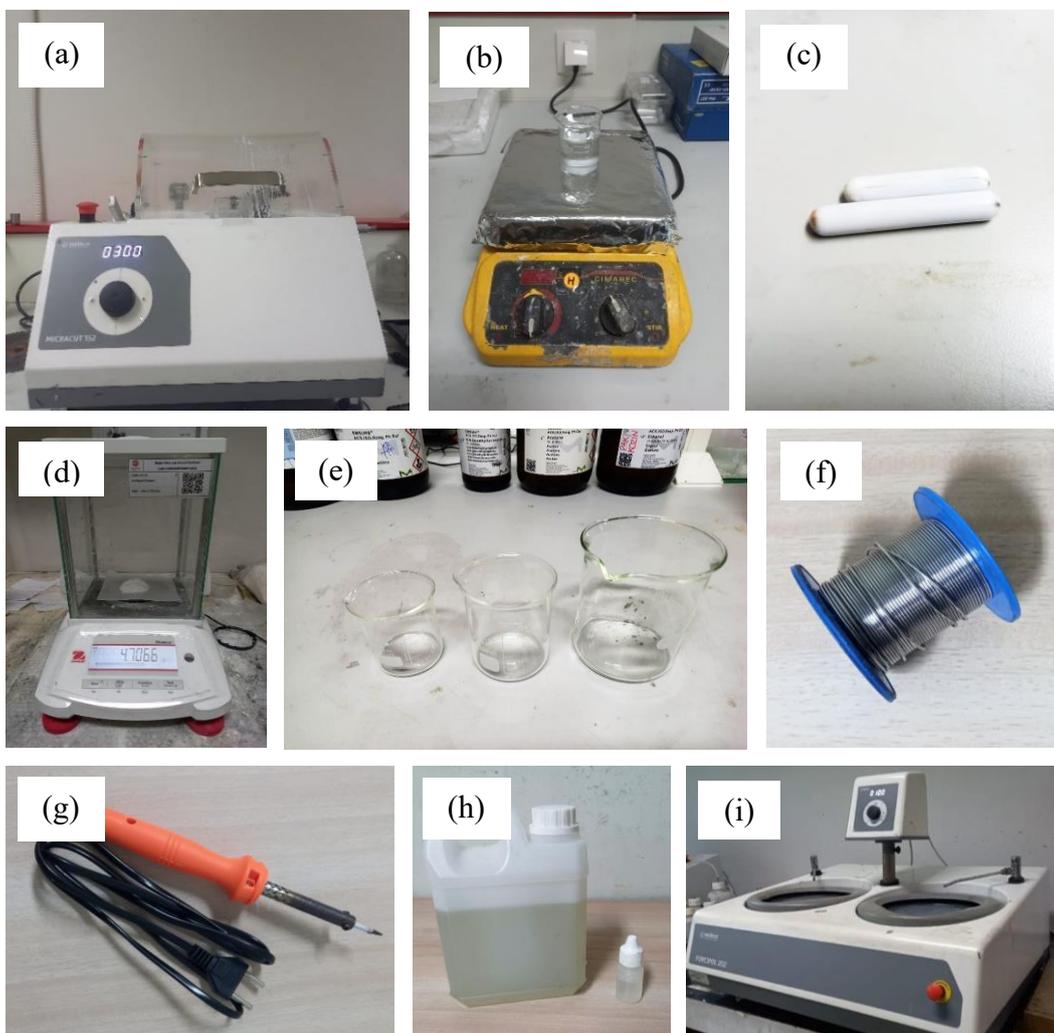
Tabel 3.1
Jadwal Kegiatan Penelitian.

No.	Rencana Kegiatan	2024											
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1.	Studi Literatur	■											
2.	Preparasi Larutan HNO ₃		■										
3.	Preparasi Larutan NaOH		■										
4.	Preparasi Larutan Na ₃ PO ₄		■										
5.	Preparasi Sampel: Pematangan sampel			■									
6.	Preparasi sampel: Penyolderan sampel			■									
7.	Preparasi sampel: Mounting sampel			■									
8.	Preparasi sampel: Grinding & Polishing sampel				■								
9.	Preparasi sampel: Etsa					■	■	■	■				
10.	Anodizing					■	■	■	■				
11.	Pengujian korosi elektrokimia dan Karakterisasi SEM						■	■	■	■			
12.	Analisis Data										■	■	
13.	Kesimpulan dan Saran												■

3.2 Bahan dan Peralatan yang Digunakan

Bahan dan alat yang digunakan pada saat proses preparasi larutan untuk etsa dan *anodizing* adalah serbuk Na₃PO₄ dan NaOH, larutan asam HNO₃, *aquadest*, *magnetic stirrer* (gambar 3.1b), *magnetic bar* (gambar 3.1c), gelas beker, neraca (gambar 3.1d), dan spatula. Lalu, bahan dan peralatan yang dibutuhkan untuk

proses preparasi sampel, yaitu larutan 10% HNO₃, 5% NaOH, *aquadest*, *cutting machine* (gambar 3.1a), solder (gambar 3.1g), timah (gambar 3.1f), kertas amplas, mesin *grinding* (gambar 3.1i), *DiaPro diamond solution*, resin (gambar 3.1h), *magnetic stirrer* (gambar 3.1b), termometer, dan gelas beker (gambar 3.1e). Untuk proses *anodizing*, bahan yang digunakan adalah 0,215 M larutan Na₃PO₄, sedangkan peralatan yang digunakan adalah *power supply* (gambar 3.1j), *magnetic stirrer* (gambar 3.1b), *magnetic bar* (gambar 3.1c), platina (gambar 3.1k) dan gelas beker (gambar 3.1e). Selain itu, *hair dryer* juga diperlukan untuk mengeringkan sampel pasca-*anodizing*. Lalu, proses pengujian korosi memerlukan *corrosion kit*, potensiostat, dan larutan SBF (*simulated body fluid*).



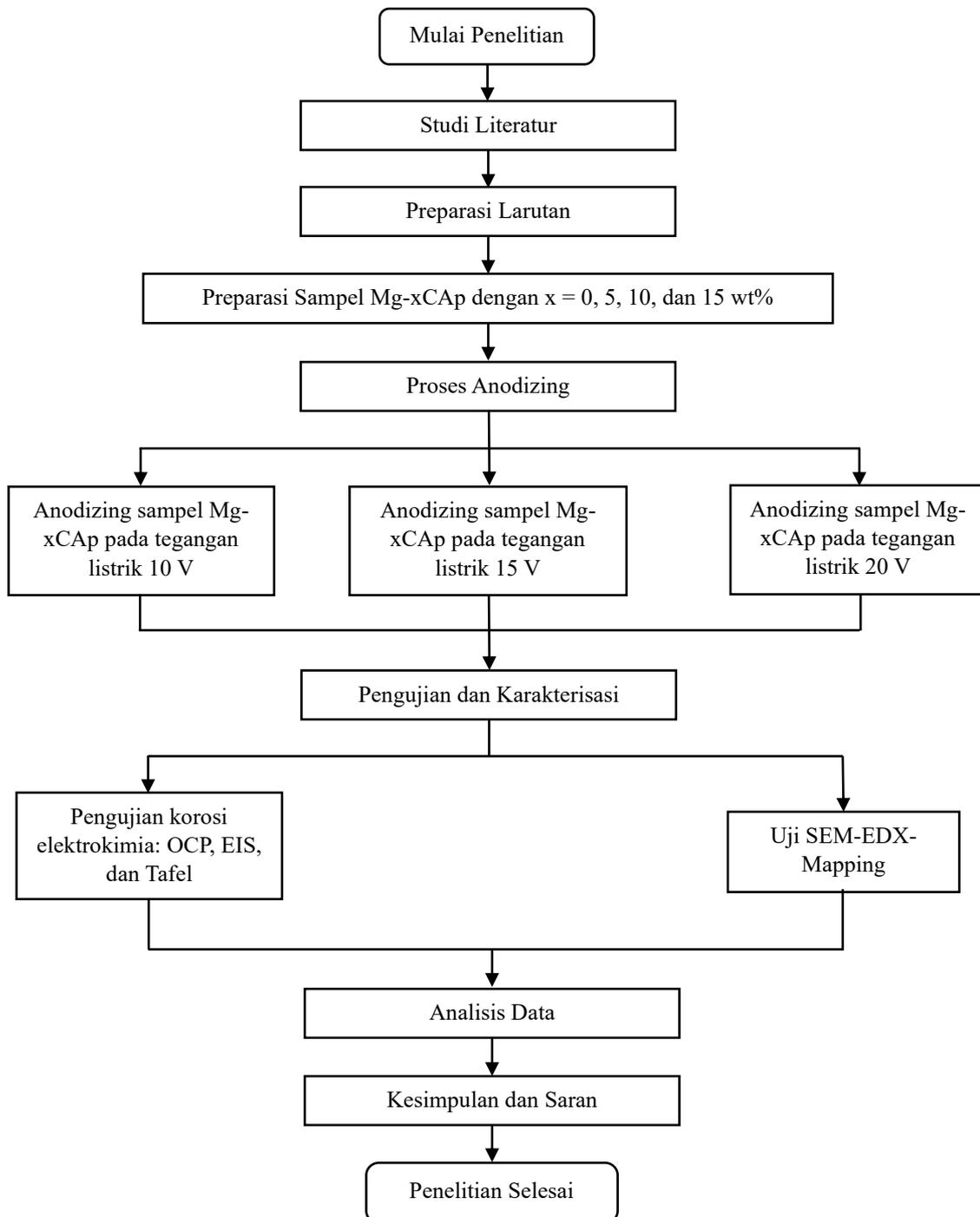


Gambar 3.1 Peralatan yang digunakan pada penelitian kali ini (a) *cutting machine*, (b) *magnetic stirrer*, (c) *magnetic bar*, (d) neraca, (e) gelas beker, (f) timah, (g) solder, (h) resin dan katalis, (i) mesin *grinding*, (j) *power supply*, dan (k) platina.

3.3 Desain Penelitian

Penelitian kali ini diawali dengan melakukan studi literatur dan dilanjutkan dengan kegiatan eksperimen. Kegiatan studi literatur dilakukan melalui buku, artikel, karya ilmiah, dan media informasi edukasi lain yang berhubungan dengan implan tulang *degradable* maupun *non-degradable*; Material magnesium, carbonate apatite, dan komposit Mg-CAP; Proses *anodizing*; serta proses pengujian korosi elektrokimia. Tahapan awal tersebut bertujuan untuk mencari referensi serta mempelajari dasar teori dan teknik penelitian terbaik untuk diterapkan dalam tahapan eksperimen. Lalu, tahapan eksperimen dilakukan untuk meneliti secara langsung pengaruh tegangan *anodizing* terhadap laju degradasi dan ketebalan & unsur lapisan anodik pada Mg-xCAP serta pengaruh komposisi CAP pada Mg-xCAP terhadap laju degradasi.

3.4 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.2 Diagram alir penelitian.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Larutan

Larutan yang dipersiapkan pada proses penelitian kali ini, yaitu larutan HNO_3 , NaOH , dan Na_3PO_4 . Prosedur pembuatan larutan-larutan tersebut dapat dilihat pada penjelasan di bawah ini.

3.5.2.1 Preparasi Larutan 10% HNO_3



Gambar 3.3 Preparasi larutan 10% HNO_3 .

Larutan 10% HNO_3 adalah salah satu larutan yang digunakan dalam proses etsa sampel. Volume larutan HNO_3 yang dibutuhkan untuk proses etsa adalah 200 ml. Bahan yang digunakan untuk membuat larutan ini adalah 30,77 ml 65% HNO_3 dan *aquadest*. Rumus pengenceran pada persamaan (3.1) dapat dilihat di bawah ini.

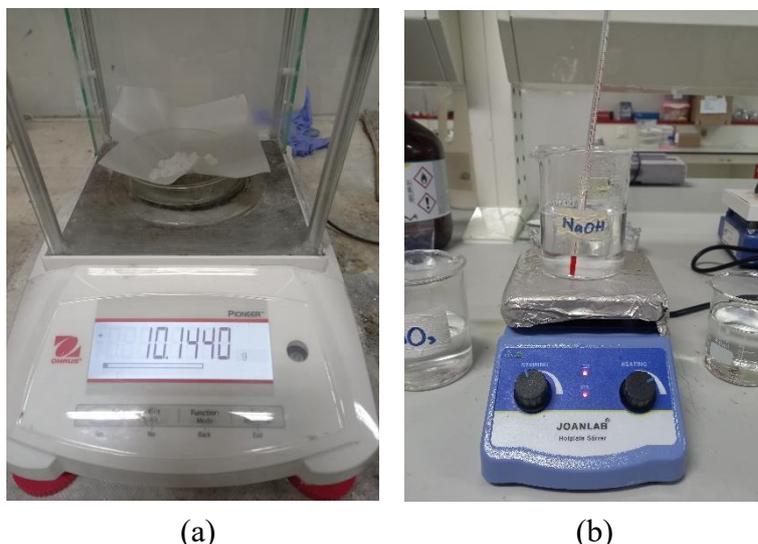
$$65\% \times V_1 = 10\% \times 200 \text{ ml}$$

$$V_1 = 30,77 \text{ ml}$$

$$200 \text{ ml} - 30,77 \text{ ml} = 169,23 \text{ ml} \quad (3.1)$$

Setelah itu, 30,77 ml larutan 65% HNO_3 dan 169,23 ml *aquadest* dicampur menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Setelah selesai dipreparasi, larutan HNO_3 dapat disimpan di dalam kulkas selama menunggu proses *anodizing*.

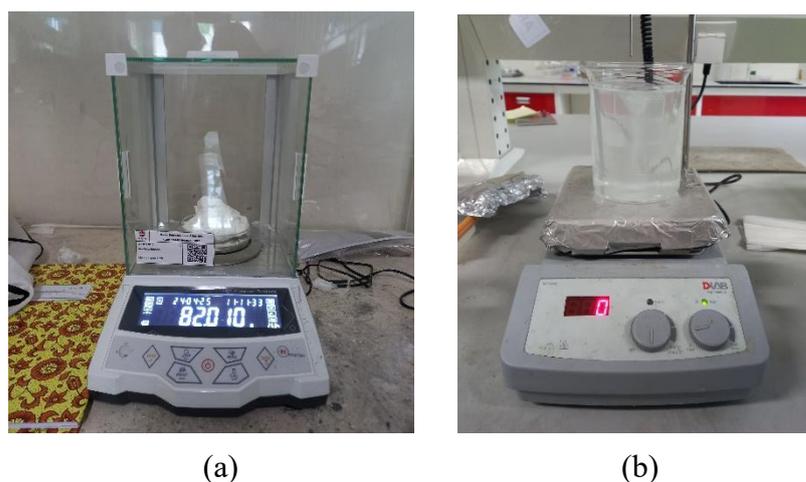
3.5.2.2 Preparasi Larutan 5% NaOH



Gambar 3.4 Preparasi larutan 5% NaOH (a) Proses penimbangan NaOH dan (b) proses *stirring* campuran *aquadest* dan NaOH pada suhu 80⁰C.

Larutan 5% NaOH ini merupakan larutan lainnya yang digunakan dalam proses etsa. Sama seperti larutan HNO₃, volume larutan NaOH yang dibutuhkan juga sebanyak 200 ml. Untuk memperoleh larutan ini, bahan yang dibutuhkan adalah 10 gram NaOH dan 200 ml *aquadest*. Kedua bahan tersebut kemudian di-*stirring* selama 30 menit dalam keadaan suhu konstan 80⁰C.

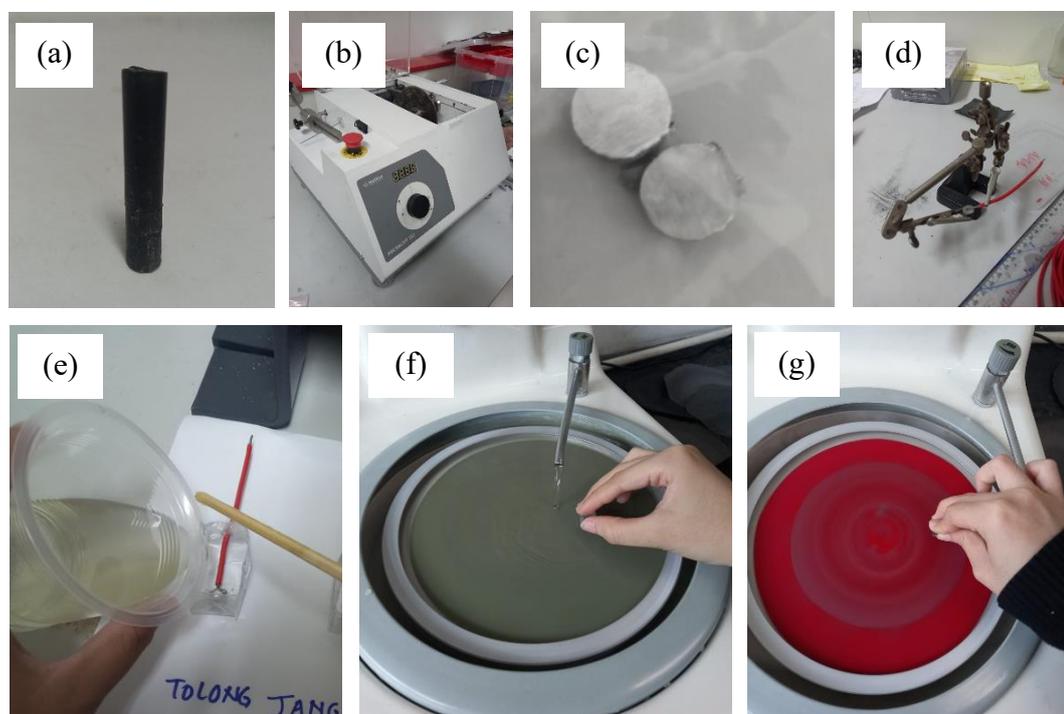
3.5.2.3 Preparasi Larutan 0,215 M Na₃PO₄



Gambar 3.5 Proses preparasi larutan 0,215 M Na₃PO₄ (a) Proses penimbangan serbuk Na₃PO₄ dan (b) Proses *stirring* campuran *aquadest* dan serbuk Na₃PO₄.

Larutan Na_3PO_4 merupakan larutan yang digunakan dalam proses *anodizing*. Larutan yang dibutuhkan untuk satu kali proses *anodizing* kurang lebih sekitar 200 ml sehingga dengan jumlah sampel sebanyak 24 buah, larutan Na_3PO_4 yang dibutuhkan adalah sebanyak 4800 ml. Untuk pembuatan satu liter larutan 0,215 M Na_3PO_4 , bahan yang digunakan adalah 82 gram Na_3PO_4 dan 1000 ml *aquadest*. Kedua bahan tersebut kemudian dicampur menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit.

3.5.2 Preparasi Sampel

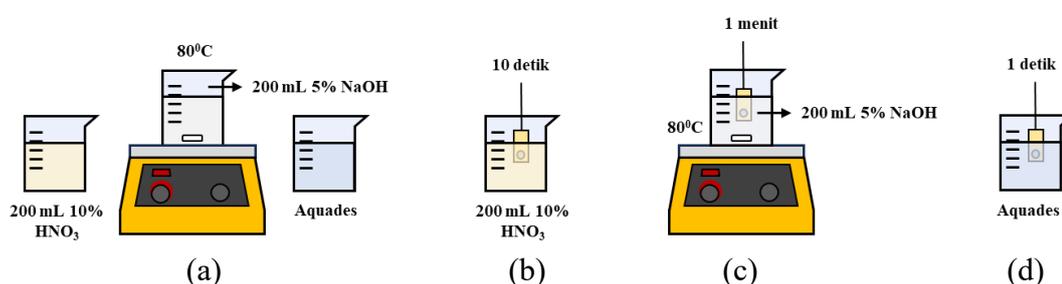


Gambar 3.6 Proses preparasi sampel (a) Sampel rod Mg-xCAp sebelum dipotong, (b) Alat potong sampel Micracut 152, (c) sampel Mg-xCAp setelah dipotong, (d) Proses penyolderan sampel, (e) Proses *mounting* sampel, (f) proses grinding sampel, dan (g) proses polishing sampel.

Sampel yang digunakan pada penelitian kali ini, yaitu komposit Mg-xCAp ($x = 0, 5, 10,$ dan $15 \text{ wt}\%$) berbasis serbuk Mg (puras: $\geq 99.9\%$, ukuran: $60 - 300 \mu\text{m}$, Merck KGaA) dan CAp (ukuran: $\pm 74 \mu\text{m}$) yang telah dikembangkan oleh Pusat Riset Material Maju, BRIN. Sebelum proses *anodizing* dilakukan, sampel harus dipreparasi terlebih dahulu. Tahapan pertama preparasi sampel adalah proses

pemotongan sampel yang awalnya berbentuk *rod* panjang berdiameter 0,9 cm (gambar 3.6a) menggunakan Micracut 152 (gambar 3.6b). Hasil yang diharapkan dari proses ini adalah sejumlah sampel berdiameter 0,9 cm dengan ketebalan kurang lebih sebesar 0,3 cm (gambar 3.6c). Setelah dilakukan pemotongan, sampel dihubungkan dengan kabel dengan melakukan penyolderan menggunakan solder DEKKO Type DS100N berdaya 100 watt, timah solder alpha berdiameter 8 mm, dan kabel AWG 18 300 V. Kemudian, sampel di-*mounting* dengan campuran resin dan katalis dengan perbandingan 100:2 (gambar 3.6e).

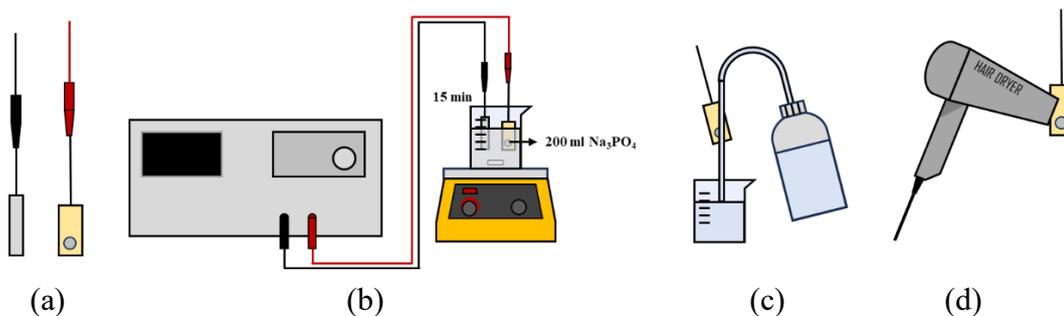
Lalu, permukaan sampel dihaluskan melalui proses *grinding* (gambar 3.6f) dan *polishing* (gambar 3.6g). Proses *grinding* dilakukan dengan mengamplas permukaan sampel dengan menggunakan kertas amplas grit 5000 dan 10.000 hingga permukaan sampel terlihat rata dan halus. Selanjutnya, proses *polishing* dilakukan dengan menggunakan kain beludru dan DiaPro 3 μm *diamond solution* untuk menghasilkan permukaan yang mengilap (*mirror-like*). Kemudian, tepat sebelum sampel di-*anodizing*, sampel harus di-etsa terlebih dahulu untuk membersihkan permukaan sampel sehingga dapat dipastikan tidak ada debu atau pengotor lainnya di permukaan sampel. Setelah mempersiapkan larutan yang digunakan (gambar 3.7a), proses etsa dimulai dengan mencelupkan sampel di larutan HNO_3 selama 10 detik (gambar 3.7b), lalu sampel dicelupkan di larutan NaOH yang dipanaskan pada suhu konstan 80°C selama 1 menit (gambar 3.7c), dan dicelupkan di *aquadest* selama kurang lebih 1 detik (gambar 3.7d).



Gambar 3.7 Proses etsa sampel (a) Larutan-larutan yang digunakan untuk etsa, (b) Proses pencelupan sampel ke dalam larutan HNO_3 , (b) Proses pencelupan sampel ke larutan NaOH, dan (d) Proses pencelupan sampel ke dalam *aquadest*.

3.5.3 Proses *Anodizing*

Setelah larutan Na_3PO_4 siap dan sampel telah selesai dipreparasi, proses *Anodizing* dapat dilakukan. Seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.8, langkah pertama yang perlu dilakukan, yaitu sampel disambungkan dengan terminal positif *power supply* sehingga sampel berperan sebagai anoda, sedangkan terminal negatifnya dihubungkan dengan platina (gambar 3.8a). Setelah itu, sampel dan platina dicelupkan di larutan 0,215 M Na_3PO_4 . Sampel dan platina harus dipastikan berhadapan dengan jarak kurang lebih sejauh 1 cm. Setelah itu, proses *anodizing*



Gambar 3.8 (a) Proses penyambungan sampel ke terminal positif dan platina ke terminal negatif *power supply*, (b) Proses anodizing sampel menggunakan larutan 0,215 M Na_3PO_4 , (c) Proses pembilasan sampel setelah proses anodizing selesai, dan (d) Proses pengeringan sampel.

bisa dimulai dengan menekan tombol *output* pada *power supply* (gambar 3.8b). Proses *anodizing* berlangsung selama 15 menit dengan tegangan konstan 10, 15, dan 20 V.

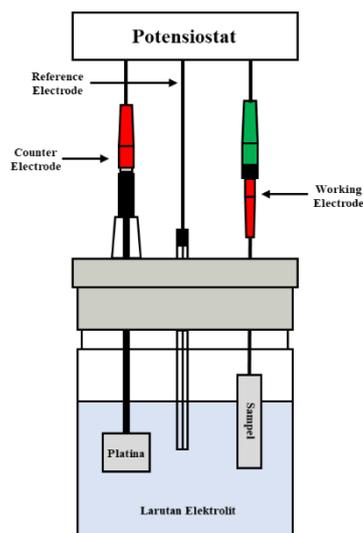
Kemudian, setelah proses *anodizing* selesai, sampel dilepas dari terminal dan dibilas menggunakan *aquadest* (gambar 3.8c). Setelah dibilas, sampel dikeringkan dengan menggunakan *hair-dryer* (gambar 3.8d) dan dibungkus dengan menggunakan *tissue* sebelum disimpan di kotak penyimpanan.

3.5.4 Pengujian dan Karakterisasi

Setelah sampel berhasil di-*anodizing*, sampel akan diuji untuk memperoleh laju degradasi serta ketebalan dan unsur lapisan anodik yang terbentuk pada permukaan sampel Mg-xCAp yang telah di-*anodizing*. Karakteristik laju degradasi sampel diketahui melalui proses pengujian korosi elektrokimia, sedangkan

pengamatan ketebalan dan unsur lapisan anodik yang terbentuk dilakukan dengan metode karakterisasi *scanning electron microscopy* (SEM) dan (*Energy dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX)).

3.5.4.1 Pengujian Korosi Elektrokimia



Gambar 3.9 *Set-up* elektroda pada saat proses pengujian korosi elektrokimia.

Pengujian korosi dilakukan menggunakan PARSTAT 4000A yang dihubungkan dengan PC untuk proses akuisisi data. Metode pengujian dilakukan berdasarkan prinsip konfigurasi tiga elektroda seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.9. *Reference electrode* (RE) yang digunakan adalah Ag, AgCl / KCl (3,5 M) (0,205 V), *Counter electrode* (CE) yang digunakan adalah platina dan sampel uji dengan luas permukaan 0,636 cm² berperan sebagai *working electrode* (WE). Larutan elektrolit yang digunakan pada pengujian ini adalah *simulated body fluid* (SBF) dan dilakukan pada suhu ruangan. Sebelum dilakukan pengujian, sampel perlu dipastikan sudah tersambung dengan kabel dengan baik serta permukaan sampel sudah halus, rata, dan bersih dari kotoran.

Pengujian yang pertama kali dilakukan adalah pengujian OCP (*Open Circuit Potential*) yang dilakukan dalam rentang waktu 1800 detik. Apabila kurva yang dihasilkan dari pengujian OCP sudah stabil, sampel dapat digunakan lebih lanjut ke pengujian EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*). Rentang frekuensi dan amplitudo voltage sinusoidal yang digunakan pada pengujian ini

adalah 100 kHz – 10 mHz dan ± 10 mV. Setelah itu, pengujian Tafel dilakukan dengan laju pemindaian 5 mV/s. Data yang diperoleh dari pengujian korosi selanjutnya divisualisasikan dengan aplikasi Origin 2021. Khusus untuk hasil uji EIS, data harus diolah terlebih dahulu menggunakan aplikasi ZView4 sebelum divisualisasikan.

3.5.4.2 Karakterisasi Ketebalan dan Unsur Lapisan Anodik Melalui Pengujian SEM-EDX-Mapping

Sampel yang dipilih untuk dikarakterisasi untuk melihat pengaruh tegangan *anodizing* terhadap ketebalan lapisan anodik yang terbentuk adalah sampel Mg-5CAp yang tidak di-*anodizing* dan telah di-*anodizing* pada tegangan 5,10, dan 15 V. Pemilihan sampel tersebut dilakukan karena sampel Mg-5CAp merupakan sampel unggulan milik Kelompok Riset Biokompatibel BRIN. Selain itu, pemilihan sampel juga didasari oleh penelitian material serupa Mg-HAp yang menunjukkan bahwa material Mg-5HAp memiliki ketahanan korosi terbaik dibandingkan dengan material Mg murni, Mg-10HAp, dan Mg-15HAp (Campo dkk., 2014). Kemudian, untuk mengamati lebih lanjut pengaruh komposisi CAp pada komposit Mg terhadap ketebalan dan unsur lapisan anodik yang terbentuk, sampel Mg-5CAp, Mg-10CAp, dan Mg-15CAp serta Mg murni sebagai sampel kontrol yang telah di-*anodizing* selama 15 menit pada tegangan 20 V dipilih untuk dikarakterisasi SEM.

Sebelum dilakukan karakterisasi, sampel harus dipreparasi. Karena yang ingin dikaji adalah ketebalan penampang lintang lapisan oksida, sampel yang sudah di-*anodizing* harus dipotong terlebih dahulu sehingga diperoleh penampakan lintang dari sampel dan lapisan anodik. Sampel yang akan dipotong sebelumnya di-mounting terlebih dahulu dengan campuran resin dan katalis (100:2) agar lapisan film yang terbentuk di atasnya terlindungi saat proses pemotongan. Setelah permukaan sampel terlindungi, sampel dipotong secara melintang menggunakan *cutting machine*. Lalu, permukaan melintang dari sampel yang sudah terpotong di-*polish* menggunakan kain beludru dan DiaPro *diamond solution*, dibilas menggunakan alcohol, dan dikeringkan dengan *hair-dryer*. Setelah itu, sampel yang sudah dipreparasi akan diuji menggunakan alat uji SEM JSM-IT200.

3.5.5 Analisis Data

Analisis data dilakukan dengan menganalisis hasil pengolahan data yang diperoleh dari tahapan pengujian dan karakterisasi. Tahapan ini dilakukan untuk mengetahui relasi antara variabel-variabel yang dikaji sehingga tujuan penelitian ini dapat tercapai.

3.5.5.1 Analisis Pengaruh Besar Tegangan *Anodizing* terhadap Laju Degradasi Mg-xCAP

Ekstrapolasi kurva tafel dilakukan menggunakan perangkat lunak VersaStudio untuk memperoleh E_{corr} , I_{corr} , dan CR . Lalu, untuk untuk hasil pengujian EIS, data di-*fitting* menggunakan aplikasi ZView untuk memperoleh nilai-nilai parameter EIS sesuai dengan rangkaian ekivalen yang digunakan. Setelah data selesai diolah, data hasil pengujian OCP, Tafel, dan EIS beserta data hasil *fitting* kurva EIS di-*plot* menggunakan aplikasi Origin sebelum kemudian dilakukan analisis.

Analisis yang dilakukan terhadap grafik OCP dilakukan dengan melihat kestabilan kurva yang dapat digunakan sebagai acuan kelayakan sampel untuk diuji ke tahap selanjutnya (untuk penelitian ini, pengujian EIS dan Tafel). Kemudian, analisis yang dilakukan terhadap hasil pengujian EIS dilakukan dengan melihat diameter kurva dan membandingkan parameter yang diperoleh dari proses *fitting* sebelumnya, terutama parameter R_{ct} yang memberikan gambaran terhadap ketahanan korosi sampel. Selanjutnya, perbandingan parameter, yaitu I_{corr} dan *corrosion rate* (CR) juga dilakukan untuk proses analisis hasil pengujian Tafel.

3.5.5.2 Analisis Pengaruh Besar Tegangan *Anodizing* terhadap Ketebalan dan Unsur Lapisan Anodik yang terbentuk Pada Mg-xCAP

Gambar penampakan lintang yang diperoleh dari pengujian SEM diamati terlebih dahulu untuk mengidentifikasi lapisan film yang terbentuk. Setelah itu, pengukuran dilakukan dengan menggunakan aplikasi ImageJ untuk memperoleh rentang ketebalan lapisan film anodik. Besar ketebalan yang diperoleh kemudian dibandingkan dan di-*plot* ke dalam bentuk *box plot* untuk mendapatkan gambaran

mengenai rata-rata, median, dan distribusi ketebalan yang diperoleh dari hasil pengukuran.

3.5.5.3 Analisis Pengaruh Besar Tegangan Komposisi Carbonate Apatite terhadap Laju Degradasi Mg-xCAp

Analisis yang dilakukan untuk mengetahui pengaruh komposisi CAp terhadap laju degradasi dilakukan dengan mengamati dan membandingkan nilai *CR* untuk setiap sampel Mg-xCAp ($x = 0, 5, 10, \text{ dan } 15 \text{ wt\%}$).