

Pengaruh Rasio *Hydroxyapatite–Tricalcium Phosphate* pada Lapisan PEO terhadap Stabilitas Korosi Paduan Mg-AZ31B untuk Implan Biomedis

Nadira Ghina Azzahra^{1*}, Muhammad Ridwan²

¹⁻² Institut Teknologi PLN

Email: nadiraghina@itpln.ac.id^{1*}, m.ridwan@itpln.ac.id²

Alamat: Jl. Lkr. Luar Barat Lantai 2, RT.1/RW.1, Duri Kosambi, Kecamatan Cengkareng, Kota Jakarta Barat, Daerah Khusus Ibukota Jakarta, Indonesia 11750

*Penulis Korespondensi

Abstract. The magnesium alloy AZ31B is increasingly used in biomedical applications, particularly as an implant material, due to its relatively low aluminum content and mechanical properties that closely resemble those of bone. Additionally, AZ31B exhibits corrosion resistance that is suitable for biological environments. These properties make it a promising material for bone implants. However, one of the main challenges in using magnesium is its high degradation rate in the body, which can affect the stability and function of the implant. Therefore, surface modification is necessary to control the degradation rate and enhance the material's durability. One effective method to reduce the corrosion rate of AZ31B is the Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) technique. PEO can form a hard, protective oxide layer on the surface of the metal, which helps improve its corrosion resistance. This study aims to explore the effect of the mass composition of hydroxyapatite (HAp) and tricalcium phosphate (TCP) on the PEO coating formed on the AZ31B substrate. The compositions used in this study were 70%:30%, 50%:50%, 40%:60%, and 60%:40%, with an electrolyte solution containing Na₂SiO₃ (2.5 g/L) and KOH (2 g/L). Corrosion characteristics of the coating were evaluated using two methods: weight loss and polarization tests. The results showed that the 70%:30% HAp:TCP composition provided the most optimal results. The polarization test recorded a corrosion rate of 0.22 mpy, while the weight loss test showed a corrosion rate of 0.29 mpy. These findings indicate that the PEO coating with the 70%:30% HAp:TCP composition effectively reduces the corrosion rate of AZ31B, enhancing its potential for biomedical implant applications, particularly in environments where corrosion resistance is crucial for long-term performance in the body.

Keywords: Degradation Rate; Hydroxyapatite; Magnesium AZ31B; Plasma Electrolytic Oxidation; Tricalcium Phosphate.

Abstrak. Paduan magnesium AZ31B semakin banyak diterapkan dalam bidang biomedis, terutama sebagai bahan implan, karena kandungan aluminium yang relatif rendah dan karakteristik mekanik yang mendekati sifat tulang. Selain itu, magnesium AZ31B juga menunjukkan ketahanan korosi yang sesuai untuk lingkungan biologis. Komposisi ini menjadikannya bahan yang sangat potensial untuk digunakan sebagai implan tulang. Namun, salah satu tantangan utama dalam penggunaan magnesium adalah laju degradasinya yang tinggi dalam lingkungan tubuh, yang dapat mempengaruhi stabilitas dan fungsi implan tersebut. Oleh karena itu, perlu adanya modifikasi permukaan untuk mengontrol laju degradasi dan meningkatkan daya tahan material. Salah satu metode yang efektif untuk mengurangi laju korosi pada magnesium AZ31B adalah dengan menggunakan teknik Plasma Electrolytic Oxidation (PEO). PEO mampu membentuk lapisan oksida yang keras dan pelindung di permukaan logam, yang berfungsi untuk meningkatkan ketahanan terhadap korosi. Penelitian ini bertujuan untuk mengeksplorasi pengaruh komposisi massa hydroxyapatite (HAp) dan tricalcium phosphate (TCP) pada lapisan PEO yang terbentuk pada substrat magnesium AZ31B. Beberapa variasi komposisi HAp dan TCP yang digunakan dalam penelitian ini adalah 70%:30%, 50%:50%, 40%:60%, dan 60%:40%, dengan larutan elektrolit yang mengandung Na₂SiO₃ (2,5 g/L) dan KOH (2 g/L). Karakterisasi sifat korosi lapisan dilakukan menggunakan dua metode, yaitu metode weight loss dan uji polarisasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi komposisi HAp:TCP 70%:30% memberikan hasil yang paling optimal. Berdasarkan uji polarisasi, laju korosi yang tercatat adalah 0,22 mpy, sementara berdasarkan uji weight loss, laju korosi tercatat sebesar 0,29 mpy. Hasil ini menunjukkan bahwa lapisan PEO dengan komposisi HAp:TCP 70%:30% efektif dalam mengurangi laju korosi pada magnesium AZ31B, yang meningkatkan potensi bahan ini untuk aplikasi implan biomedis, terutama dalam aplikasi yang membutuhkan ketahanan terhadap korosi dalam lingkungan tubuh.

Kata kunci: Hydroxyapatite; Laju Degradasi; Magnesium AZ31B; Plasma Electrolytic Oxidation; Tricalcium Phosphate.

1. PENDAHULUAN

Kesehatan merupakan hal yang utama bagi manusia. Kesehatan tulang mempunyai peran penting di dalam tubuh manusia (Chen et al., 2020). Tulang merupakan jaringan keras dan kompleks yang berfungsi sebagai elemen struktural utama dalam tubuh manusia. Dengan sifat mekanik yang khas dan struktur hierarkisnya, tulang menjalankan fungsi vital seperti proteksi organ internal, sebagai titik perlekatan otot, dan sistem gerak bekerja secara optimal (Rho et al., 2021). Patah tulang adalah salah satu kerusakan sebagai cedera traumatis yang paling umum (Wang et al., 2022). Cedera pada tulang menunjukkan adanya patah tulang (fraktur) dan dislokasi. Fraktur pada ujung tulang dan sendi (intra-artikuler) sering disertai dengan dislokasi sendi (Zhou et al., 2019). Cedera pada tulang dapat ditangani dengan penggunaan implan tulang untuk mempercepat penyembuhan dan mengembalikan fungsi normal (Kaur & Sharma, 2023).

Dalam pemilihan implan pada tulang memiliki beberapa syarat yaitu *biocompatible*, material tahan korosi, degradasi, dan keausan. *Magnesium pada tulang* memiliki sifat yaitu laju degradasi yang tinggi sehingga ketika tulang belum sempurna terbentuk, magnesium sudah larut di dalam tubuh manusia. Material yang digunakan untuk implan tulang adalah Mg AZ31B. Paduan magnesium memiliki sifat kepadatan dan kekuatan rendah, kekakuan spesifik tinggi, kapasitas redaman tinggi, dan kemampuan cor yang baik. Magnesium memiliki sifat yang ringan yaitu sebesar ($1,74 \text{ g/cm}^3$). Sifat kelarutan yang tinggi pada magnesium dapat membuat korosi klorida tinggi. Jenis *fascination devices* untuk operasi orthopedi adalah pelat, sekrup, dan pengencang. Mg AZ31B diaplikasikan untuk biomedis dikarenakan memiliki kandungan aluminium yang lebih sedikit, sifat mekanik dan korosi yang optimal. Metode yang digunakan yaitu PEO. PEO adalah metode perlakuan permukaan (*surface treatment*) yang menghasilkan lapisan pada substrat logam. lapisan menunjukkan adanya proteksi ganda dan aplikasi penghalang termal. Material keramik yang digunakan untuk implant tulang adalah keramik *hydroxyapatite* dan *tricalcium phosphate*. *Hydroxyapatite* ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) (HA) mempunyai sifat biokompatibilitas dikarenakan secara kimia dan fisika kandungan mineralnya sama dengan tulang dan gigi manusia. HA memiliki sifat keramik bioaktif yang digunakan dalam aplikasi medis sebagai material pengganti tulang (*bone graft*). Tricalcium phosphate (TCP) merupakan biomaterial sintetik yang mempunyai kemiripan sifat kimia dengan fase mineral tulang. HA dan TCP memiliki sifat bioaktif dan osteointegratif. HA cenderung memiliki sifat *nonresorbable* dan *bioinert* sedangkan TCP bersifat *resorbable*. sifat biokeramik yang optimal pada proses pelapisan tidak hanya menunjukkan sifat bioaktif, tetapi juga dapat terurai secara hayati (*bioresorbable*), yang menunjukkan pertumbuhan jaringan tulang baru. Perpaduan HA sebagai komponen bioaktif dengan TCP sebagai komponen

bioresorbable dapat berperan mengendalikan proses degradasi dan regenerasi biomaterial tulang. Penelitian ini mempelajari lapisan PEO yang terbentuk pada Mg AZ31B dengan variasi massa hydroxyapatite dan tricalcium phosphate sebesar 70%:30%, 50%:50%, 40%:60%, dan 60%:40%. terhadap laju degradasi aplikasi *implant*.

2. METODE

A. Preparasi Sampel

Material dasar berupa paduan magnesium AZ31B yang diproses menjadi spesimen berbentuk pelat berukuran $20 \times 10 \times 3$ mm sebanyak 45 buah melalui pemotongan menggunakan metode wirecut. Material diampelas secara bertahap menggunakan kertas amplas dengan tingkat kekasaran 120, 400, 800, hingga 1000 untuk mendapatkan permukaan yang rata dan halus. Material dibilas dengan aquadest dan kemudian dibersihkan dengan *ultrasonic cleaner* dalam larutan etanol selama 10–15 menit.

B. Proses PEO

Proses pelapisan permukaan substrat dilakukan menggunakan teknik *Plasma Electrolytic Oxidation* (PEO). Spesimen direndam ke dalam larutan elektrolit dan dihubungkan ke rangkaian listrik melalui *power supply* berarus searah (DC). Sistem *electrolyte bath* dilengkapi dengan unit pendingin yang berfungsi untuk menjaga suhu larutan tetap stabil di kisaran $\pm 30^\circ\text{C}$, sehingga mencegah penguapan elektrolit akibat panas yang timbul dari pembentukan plasma selama proses berlangsung. Proses pembentukan lapisan oksida dilakukan dengan menggunakan tegangan DC maksimum sebesar 800 Volt dan arus maksimum 2 Ampere. Parameter yang digunakan sebesar 400 Volt dengan durasi pelapisan selama 7 menit.

C. Karakterisasi komposisi substrat

Tabel 1. Hasil Analisis XRF pada Substrat

Unsur	Rata-Rata (Wt %)
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

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan sebuah medium helium dengan energi 14 KV untuk mendapatkan hasil yang sesuai dengan karakterisasi substrat. Hasil karakterisasi menunjukkan medium helium didapatkan rata-rata komposisi unsur magnesium (Mg) dengan nilai 94,75% , Alumunium (Al) dengan nilai 3,425 % dan Zinc (Zn) dengan nilai 1,1975 yang terlampir pada tabel 1

2. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisis Hasil Pengujian *Weight Loss* Paduan Mg AZ31B

Permukaan paduan Mg AZ31B memiliki laju degradasi sebesar 14,88 mpy. Tabel 5 dan gambar grafik 4 menunjukkan rata-rata kenaikan dari corrosion rate setiap 3 hari sekali dengan variasi yang berbeda-beda. Hasil dengan penambahan hydroxyapatite 40% dan tricalcium phosphate 60% pada larutan elektrolit dengan proses PEO menunjukkan laju degradasi semakin rendah dengan rata-rata corrosion rate selama 15 hari sebesar 1,83 mpy tetapi dari tabel 1 mengalami penurunan corrosion rate saat 12 hari. Penurunan nilai disebabkan oleh pengurangan berat yang lebih sedikit dibandingkan dengan saat 15 hari perendaman. Penambahan hydroxyapatite 70% dan tricalcium phosphate 30% menunjukkan laju degradasi yang lambat. Laju degradasi yang lambat menyebabkan hasil yang optimum.

Tabel 2. Nilai Corrosion rate pada pengujian weight loss

Lama Waktu Perendaman	Base Metal	HA 70%, TCP 30%	HA 60 %, TCP 40%	HA 50 %, TCP 50%	HA 40 %, TCP 60 %
CR 3 Hari	1,4502	0,0009	0,0036	0,0047	0,053
CR 6 Hari	1,6841	0,0036	0,0147	0,0190	0,095
CR 9 Hari	4,3505	0,0164	0,0661	0,1010	0,287
CR 12 Hari	6,0814	0,0875	0,3529	0,0458	1,148
CR 15 Hari	6,5492	0,5473	2,2061	2,8629	0,745
Rata- rata CR	14,88	0,29	1,17	1,54	1,83

Laju degradasi dipengaruhi oleh ukuran pori. Diameter pori lebih kecil dan seragam menunjukkan sedikit penetrasi dari zat kimia dengan substrat sehingga laju degradasi menurun dengan seiring pengecilan pori dan kenaikan jumlah pori. Ketahanan korosi menunjukkan adanya peningkatan dikarenakan laju degradasi yang rendah [9]. Penurunan densitas yang terjadi akibat peningkatan konsentrasi *tricalcium phosphate* meningkatkan porositas campuran dan menyebabkan air mudah berdifusi atau berpindah ke dalam sampel sehingga sampel mudah untuk terdegradasi [10]. Hydroxyapatite memiliki fungsi yaitu memperkecil pori dan laju degradasi semakin lambat. Tricalcium phosphate menunjukkan pori semakin banyak dan laju degradasi meningkat.

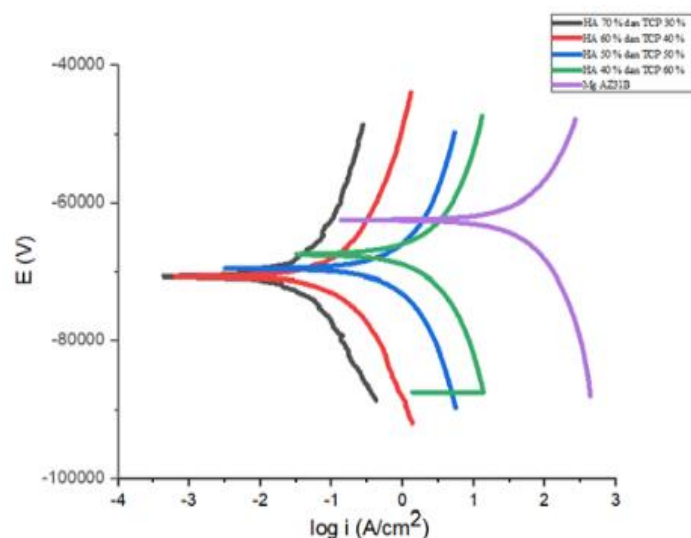
B. Analisis Hasil Pengujian Polarisasi Paduan Mg AZ31B

Pengujian polarisasi menggunakan alat yaitu potenciotat. Alat tersebut digunakan sebagai pengatur perbedaan potensial antara elektroda kerja dengan elektroda acuan dan elektroda bantu berbahan karbon yang terdapat dalam sel elektrokimia. Alat potenciotat menunjukkan arus ke dalam sel melalui elektroda pembantu. Aplikasi yang digunakan perangkat computer yang terinstall aplikasi CS Studio 5. Besar nilai E_{corr} dan i_{corr} menunjukkan nilai perpotongan aspek anodik dan katodik yang terdapat pada kurva polarisasi. Kurva memiliki keterkaitan potensial dan rapat arus yang terlampir pada tabel 2.

Tabel 3. Nilai E_{corr} , i_{corr} , dan Corrosion Rate pada kurva polarisasi

Variasi Spesimen	E_{corr} (V)	i_{corr} (A/cm^2)	CR (mm/year)	CR (mpy)
HA 70 %, TCP 30 %	-0,704	$8,5476 \times 10^{-7}$	0,006	0,222
HA 60 %, TCP 40 %	-0,454	$2,466 \times 10^{-7}$	0,020	0,768
HA 50 %, TCP 50 %	-0,395	$1,0226 \times 10^{-6}$	0,023	0,919
HA 40 %, TCP 60 %	-0,374	$1,1967 \times 10^{-5}$	0,270	10,751
Mg AZ31B	-1,7242	$3,0634 \times 10^{-4}$	6,990	27,520

Nilai-nilai E_{corr} , i_{corr} , dan CR (corrosion rate) menunjukkan perbedaan potensial pada korosi dengan larutan elektrolit yang berbeda-beda dan standar elektroda referensi, densitas arus korosi dan nilai laju korosi tersebut.



Gambar 1. Hasil pengujian kurva polarisasi

Hasil pengujian polarisasi pada gambar 1 dibandingkan dengan tabel 2 menunjukkan laju korosi pada *base metal* yaitu Mg AZ31B sebesar 6,990 mm/tahun atau sama dengan 27,520 mpy sedangkan untuk laju korosi tertinggi pada saat variasi HA 40 % dan TCP 60 % yaitu

sebesar 0,270 mm/tahun atau sama dengan 10,751 mpy. Laju korosi terendah terdapat pada saat variasi HA 70 % dan 30 % yaitu sebesar 0,006 mm/tahun atau sama dengan 0,222 mpy. Arus Korosi (i_{corr}) pada base metal Mg AZ31B sebesar $3,0634 \times 10^{-4}$ A/cm². Arus korosi tertinggi dihasilkan pada variasi HA 40 % dan TCP 60 % yaitu sebesar $1,1967 \times 10^{-5}$ A/cm² dan untuk yang terendah dihasilkan pada saat variasi HA 70 % dan TCP 30 % yaitu sebesar $8,5476 \times 10^{-7}$ A/cm².

Hubungan antara laju korosi dan i_{corr} tersebut dengan menambahkan sebuah nanopartikel kedalam film oksida sifat kepadatan arus korosi atau i_{corr} akan menurun. Terbentuknya lapisan dalam struktur film yang menurun dapat memblokir difusi atau perpindahan media korosif menuju substrat dan dapat meningkatkan ketahanan korosi lapisan dibandingkan dengan saat substrat tersebut belum ada pelapisan. Laju degradasi secara lambat menunjukkan karena rasio permukaan terhadap *hydroxyapatite* yang lebih besar. [11]

Perbandingan nilai *corrosion rate* antara hasil pengujian dan *standard* implant tulang secara komersial menunjukkan laju korosi pada tulang manusia. Komposisi kimia benda uji *bone plate* dengan menggunakan 2 jenis material dalah baja tahan karat austenitik 316L dan yang kedua adalah baja tahan karat 304L. Data tersebut didapatkan untuk material pertama memiliki laju degradasi sebesar 0,8 mpy dan untuk material kedua memiliki laju ddegradasi sebesar 1,15 mpy. Kedua material memiliki kekurangan yaitu kesulitan pengambilan gambar sinar-X dan diperlukan operasi kedua untuk pengambilan pada material implan. Oleh karena itu, butuh sebuah perkembangan untuk implan yang dengan sendirinya terdegradasi di dalam tubuh. Material tersebut menunjukkan waktu degradasi disesuaikan dengan waktu proses penyembuhan fraktur tulang sehingga tidak ada operasi kedua.[12]

3. SIMPULAN

Material Mg AZ31B dilapisi dengan larutan TCP dan HA dengan PEO. Semua material menghasilkan pembentukan lapisan apatit yang tinggi pada larutan SBF. Lapisan memiliki fungsi ketahanan korosi yang tinggi dan laju degradasi yang lambat. Hasil yang didapatkan menunjukkan nilai laju degradasi terbaik pada variasi hydroxyapatite 70 % dan tricalcium phosphate 30 % yaitu sebesar 0,29 mpy dan 0,222 mpy. Arus korosi (i_{corr}) menunjukkan peningkatan pada variasi HA 70 % dan TCP 30 % yaitu sebesar $8,5476 \times 10^{-7}$ A/cm². Hal ini menunjukkan penurunan dibandingkan dengan Mg AZ31B yang teroksidasi yaitu sebesar 14,88 mpy.

DAFTAR PUSTAKA

- Sukmana, I., Risano, A. Y. E., Wicaksono, M. A., & Saputra, R. A. (2022). Perkembangan dan aplikasi biomaterial dalam bidang kedokteran modern: A review. *INSOLOGI Jurnal Sains dan Teknologi*, 1(5), 635-646. <https://doi.org/10.55123/insologi.v1i5.1037>
- Penanganan, E., Ekstremitas, F., & Pasien, U. (2024). *J. Abdimas: Community Health*, 5(1), 21-24.
- Liu, X., et al. (2022). Effect of carbon interface on adhesion and anti-corrosion properties of hydroxyapatite coating on AZ31 magnesium alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 287, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.126351>
- Yang, C., et al. (2022). A zinc-doped coating prepared on the magnesium alloy by plasma electrolytic oxidation for corrosion protection. *Surface and Coatings Technology*, 433. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128148>
- Molaei, M., Babaei, K., & Fattah-alhosseini, A. (2021). Improving the wear resistance of plasma electrolytic oxidation (PEO) coatings applied on Mg and its alloys under the addition of nano- and micro-sized additives into the electrolytes: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 9(4), 1164-1186. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2020.11.016>
- Fattah-alhosseini, A., Chaharmahali, R., & Babaei, K. (2020). Effect of particles addition to solution of plasma electrolytic oxidation (PEO) on the properties of PEO coatings formed on magnesium and its alloys: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8(3), 799-818. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2020.05.001>
- Purwiandono, G., Julita, H., & Saputra, D. A. (2018). Pengaruh variasi HA-TCP (Hydroxy Apatit-Tricalcium Pospat) terhadap biokomposit (HA:TCP)-Gelatin-CMC sebagai injectable bone substitute (IBS). *Chemical*, 4(1), 24-30. <https://doi.org/10.20885/ijcr.vol3.iss1.art4>
- Sasikumar, Y., Solomon, M. M., Olasunkanmi, L. O., & Ebenso, E. E. (2017). Effect of surface treatment on the bioactivity and electrochemical behavior of magnesium alloys in simulated body fluid. *Materials and Corrosion*, 68(7), 776-790. <https://doi.org/10.1002/maco.201609317>
- Bertocco, A., et al. (2025). Porous hydroxyapatite - β -tricalcium phosphate ceramics produced from a rapid sol-gel process. *Scientific Reports*, 15(1), 1-15. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-01253-2>
- García-Cabezón, C., Godinho, V., Salvo-Comino, C., Torres, Y., & Martín-Pedrosa, F. (2021). Improved corrosion behavior and biocompatibility of porous titanium samples coated with bioactive chitosan-based nanocomposites. *Materials (Basel)*, 14(21). <https://doi.org/10.3390/ma14216322>
- Seyfoori, A., Mirdamadi, S., Seyedraoufi, Z. S., Khavandi, A., & Aliofkhazraei, M. (2013). Synthesis of biphasic calcium phosphate containing nanostructured films by micro arc oxidation on magnesium alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 142(1), 87-94. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.06.045>
- Sutowo, C., Ikhsan, M., & Kartika, I. (2014). Karakteristik material biokompatibel komponen bone plate adalah salah satu alat medis yang dibuat untuk menggantikan struktur dan fungsi suatu bagian biologis. *No. November*, 1-5.

- Chen, X., Zhang, W., & Liu, Y. (2020). Advances in bone tissue engineering: Biomaterials and biological strategies. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 8, 599. <https://doi.org/10.3389/fbioe.2020.00599>
- Kaur, P., & Sharma, A. (2023). Current trends in orthopedic implants for bone fracture healing. *Materials Today: Proceedings*, 72, 1458-1465. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.11.203>
- Rho, J. Y., Pharr, G. M., & Zioupos, P. (2021). Mechanical properties and hierarchical structure of bone: A review. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 115, 104236. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.104236>
- Wang, L., Zhang, Y., & Ma, X. (2022). Epidemiology and treatment of traumatic fractures: A global perspective. *Injury*, 53(3), 635-642. <https://doi.org/10.1016/j.injury.2021.12.017>
- Zhou, Y., Chen, J., & Li, L. (2019). Intra-articular fractures and joint dislocation: Current concepts in diagnosis and management. *Orthopaedic Surgery*, 11(3), 457-468. <https://doi.org/10.1111/os.12456>