

PENGARUH PERLAKUAN PELARUTAN TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN STRUKTUR MIKRO PADUAN TERNER Zr-Nb-Mo UNTUK BIOMATERIAL

EFFECT OF SOLUTION TREATMENT ON MECHANICAL PROPERTIES AND MICRO STRUCTURE TERNARY ALLOY Zr-Nb FOR BIOMATERIAL

Dzikry Syamsul Nur Alam ^a, Pradoto Ambardi ^b, Djoko Hadi Prajitno ^c

^{a,b} Teknik Metalurgi, Universitas Jenderal Achmad Yani, Bandung, Indonesia.

^c PSTNT-BATAN, Jl. Tamansari 71 Bandung 40132, Indonesia.

e-mail : dzikrysyamsulnuralam@gmail.com,

Abstrak

Penelitian dilakukan untuk mempelajari pengaruh perlakuan pelarutan terhadap sifat mekanik dan stuktur mikro paduan terner Zr-Nb-Mo untuk biomaterial. Paduan zirkonium dapat digunakan sebagai bahan implan. Paduan Zr-5Nb-xMo (x= 0, 1, 3 dan 5 %wt) dilakukan perlakuan pelarutan dengan variasi temperatur 900°C, 950°C dan 1000°C dengan pendinginan cepat menggunakan medium air. Hasilnya menunjukkan bahwa peningkatan kandungan molibdenum, dapat meningkatkan fasa β -Zr dan peningkatan temperatur perlakuan pelarutan dapat meningkatkan kekerasan paduan zirkonium. Hal tersebut terjadi karena unsur molibdenum bertindak sebagai beta *stabilizer* dan perlakuan pelarutan membentuk perubahan bentuk fasa β -Zr dari *plate* menjadi lath yang lebih halus. Pengujian kekerasan Rockwell C dengan nilai kekerasan tertinggi 53,67 HRC paduan Zr-5Nb-1Mo perlakuan pelarutan 1000°C, fasa yang terbentuk adalah α -Zr, β -Zr, dan intermetalik Mo₂Zr paduan Zr-5Nb-5Mo yang diidentifikasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD).

Kata kunci : Paduan Zr-5Nb-xMo, perlakuan pelarutan, beta *stabilizer*.

Abstract

The research was to investigate the effect of solution treatment on mechanical properties and micro structure of ternary alloy Zr-Nb-Mo for biomaterial. Zirconium alloy can be used as an implant material. The temperature variation of solution treatment alloy Zr-5Nb-xMo (x= 0, 1, 3 dan 5 %wt) is 900°C, 950°C and 1000°C with water quenching. The result shows that the phase β -Zr will increase by increasing the consentration of molybdenum and rise up the temperature solution treatment can for hardening the zirconium alloy. These happens because molybdenum serves as a beta stabilizer and the solution treatment generates the tansformation of phase β -Zr from plate into a finer lath. The hardness testing using Rockwell C with the highest hardness value 53.67 HRC Zr-5Nb-1Mo alloy solution treatment 1000°C, The formed phases are α -Zr, β -Zr, and intermetallic Mo₂Zr Zr-5Nb-5Mo alloy yang identified by using X-Ray Diffraction (XRD).

Key Words: Zr-5Nb-xMo alloys, solution treatment, beta stabilizer

Diterima (received) : 18 September 2018 , Direvisi (revised) : 04 Maret 2019 ,
Disetujui (accepted) : 11 Maret 2019

PENDAHULUAN

Material logam saat ini sangat bermanfaat bagi kemajuan medis terutama pada biomaterial yang berfungsi sebagai implan pengganti jaringan tubuh manusia. Sekitar 70-80% implan terbuat dari biomaterial logam¹⁾.

Penyembuhan cedera patah tulang dapat ditangani dengan pemasangan implan pada tulang *orthopaedic implant* dan material yang sering digunakan sebagai implan ortopedi adalah logam²⁾. Prinsip penggunaan biomaterial logam sebagai bahan baku implan ortopedi didasarkan pada karakteristik kompatibilitas biomekanik, biokimia, dan kompatibilitas biologi yang cukup baik terhadap tubuh. Beberapa biomaterial logam yang sering digunakan sebagai material implan adalah SUS 316L stainless steel, paduan Co-Cr, dan paduan titanium³⁾. Material yang mulai dikembangkan sebagai material implan adalah zirkonium. Bukti *in vivo* menunjukkan bahwa implan zirkonium menunjukkan osseointegrasi yang baik dan bahkan tingkat yang lebih tinggi dari implan titanium⁴⁾.

Logam berbasis Zr dipilih sebagai aplikasi biomaterial dikarenakan nilai kerentanan magnet yang terkecil dibandingkan jenis-jenis logam yang umum digunakan untuk aplikasi biomaterial dibidang medis. Selain itu, Zr memiliki ketahanan korosi yang baik karena permukaan Zr dapat membentuk lapisan pasif¹⁾. Zr juga memiliki sifat sitoksisitas rendah⁵⁾, yang artinya tidak mengganggu jaringan tubuh dengan tidak menyebabkan alergi. Namun, jika Zr tidak dipadukan dengan unsur lain, maka sifat mekanis yang dihasilkan akan lebih rendah dibandingkan titanium dengan paduannya. Sehingga dilakukan penambahan unsur Nb dan Mo, yang berfungsi sebagai unsur penguat sistem mekanis⁶⁾. Selain itu, Nb dan Mo juga memiliki sifat sitotoksitas yang rendah dan kerentanan magnetik yang rendah⁵⁾, sehingga dapat mendukung sebagai paduan untuk material zirkonium. Paduan Zr-Nb memiliki ketahanan korosi, tahan lama, dan biokompatibel untuk komponen ortopedi yang terutama ditujukan sebagai implan pinggul dan lutut⁷⁾. Proses perlakuan pelarutan dilakukan pada paduan Zr-Nb-Mo dapat mempengaruhi ketahanan korosi, sifat mekanis dan ukuran butirnya, transformasi martensit dapat terjadi pada paduan Zr yang didinginkan dengan cepat dari temperatur tinggi fasa hcp menjadi bcc martensit, umumnya ada dua jenis yaitu *lath* martensite dan *plate* martensite⁸⁾.

Berdasarkan latar belakang tersebut penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan unsur niobium pada paduan Zr-5Nb-xMo dimana variasi Mo (0%, 1%, 3%, dan 5%) (% massa) dan pengaruh dilakukan proses perlakuan pelarutan *quenching* menggunakan medium air untuk meningkatkan sifat mekanis serta ketahanan korosi berdasarkan morfologi struktur mikro yang terbentuk sebagai aplikasi biomaterial.

BAHAN DAN METODE

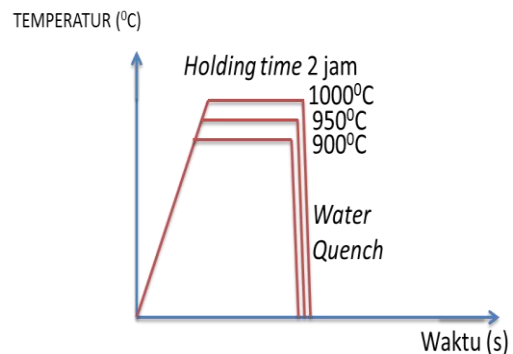
Bahan baku yang digunakan berupa logam *zirconium sponge* 99,99%, *niobium wire* komposisi 99,98% dan *molybdenum rounded* 99,98% ditimbang dengan berat total 15 gram setiap sampel.

Tahapan proses tersebut meliputi, peleburan paduan Zr-5Nb-xMo (x : 0, 1, 3, 5%wt) hasil penimbangan menggunakan *arc melting furnace*. Peleburan dilakukan sebanyak empat kali dan dibuat berbentuk oval seperti pada gambar 1.

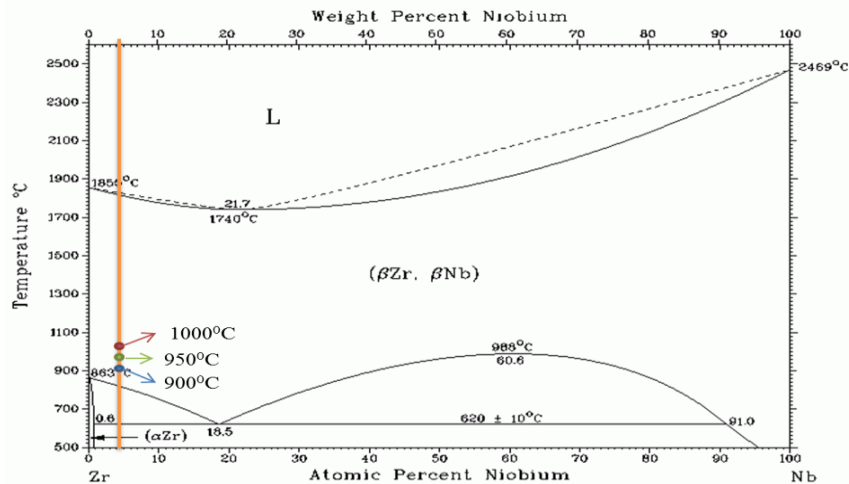


Gambar 1.
Spesimen Hasil Peleburan

Spesimen hasil peleburan dipotong menjadi empat bagian untuk dilakukan proses *solution treatment* pada temperatur 900°C, 950°C, dan 1000°C menggunakan alat *tube furnace* dengan gas argon agar tidak terjadi oksidasi dan pendinginan cepat menggunakan media air. Proses *solution treatment* dapat dilihat pada gambar skematik seperti pada Gambar 2.



Gambar 2.
Skematik Solution Treatment



Gambar 3.
Diagram Biner Zr-Nb⁹⁾

Karakterisasi sampel yang dilakukan meliputi, pengujian komposisi sampel dengan PMI (*Positive Material Identification*), pengujian metalografi menggunakan mikroskop optik dengan 2 gram *ammonium bifluoride*, 50 mL etanol dan 100 mL air secara imersi dengan waktu 10-15 menit, pengujian kekerasan menggunakan *Rockwell* skala C, pengujian komposisi fasa β -Zr dengan aplikasi image J dan pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui jenis fasa pada paduan.

Hasil pengujian komposisi kimia dengan PMI ditunjukkan oleh Tabel 1.

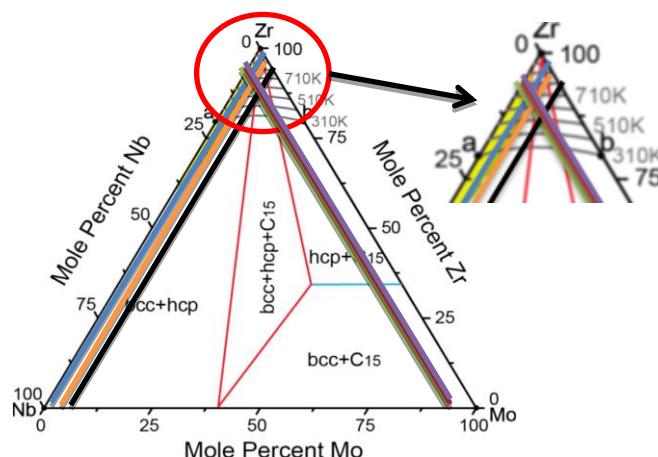
Tabel 1.
Data Analisis Komposisi PMI

Spesimen	Zr (%)	Nb (%)	Mo (%)	Total (%)
Zr-5Nb	93,973	5,977	-	99,95
Zr-5Nb-1Mo	93,549	5,720	0,716	99,985
Zr-5Nb-3Mo	91,753	5,174	3,029	99,956
Zr-5Nb-5Mo	89,207	5,684	5,082	99,973

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian komposisi kimia

Komposisi hasil pengujian dikonversi menjadi %mol kemudian diplot pada diagram terner Zr-Nb-Mo temperatur 310K.



Gambar 4.
Diagram Terner Zr-Nb-Mo 310K⁹⁾.

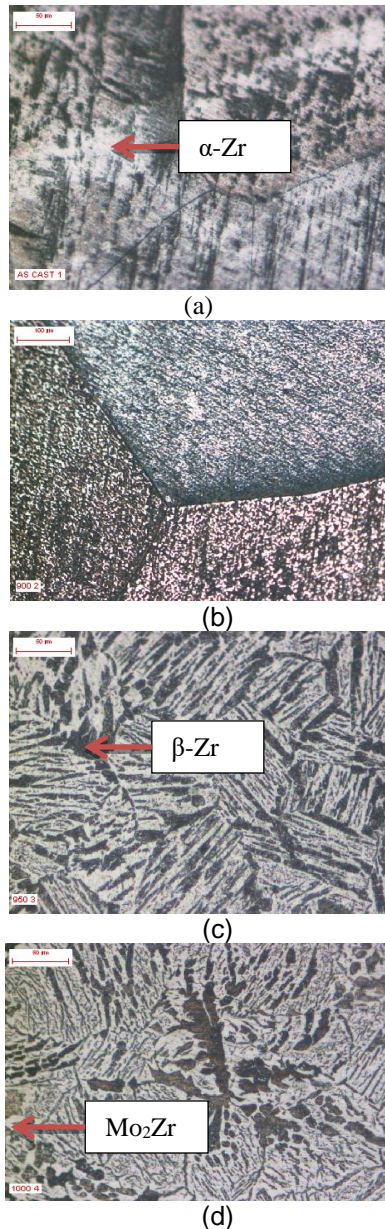
Pada diagram terner seperti Gambar 4., daerah hcp merupakan fasa α -Zr, bcc merupakan β -Zr dan C₁₅ merupakan

senyawa Mo₂Zr⁹⁾. Hasil plot pada diagram terner terlihat bahwa paduan Zr-5Nb-1Mo serta Zr-5Nb-3Mo memiliki fasa α -Zr dan β -

Zr, sedangkan paduan Zr-5Nb-5Mo memiliki fasa α -Zr, β -Zr dan senyawa intermetallic Mo_2Zr

Pengujian Metalografi Kualitatif

Pengujian metalografi kualitatif dilakukan untuk melihat bentuk struktur mikro sampel penelitian beserta jenis fasa yang terbentuk pada sampel. Hasil pengujian metalografi ditunjukkan oleh Gambar 5. sebagai berikut:



Gambar 5. Struktur Mikro Spesimen Pembesaran 200x

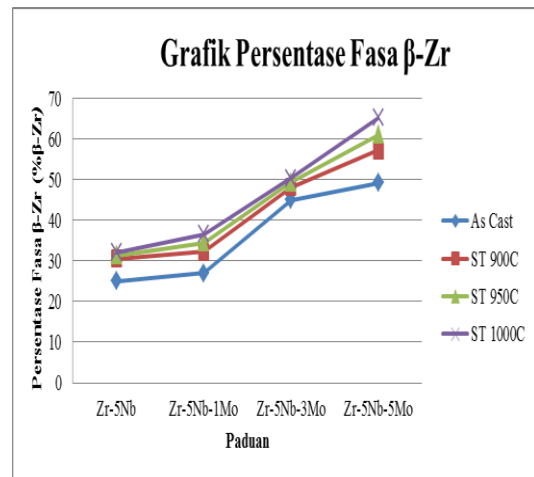
Paduan Zr-5Nb (*as-cast*) (a), paduan Zr-5Nb-1Mo *solution treatment* 900°C (b), paduan Zr-5Nb-3Mo *solution treatment* 950°C (c) dan paduan Zr-5Nb-5Mo *solution treatment* 1000°C (d).

Hasil metalografi kualitatif terlihat bahwa yang berwarna hitam merupakan fasa β -Zr, warna putih fasa α -Zr, dan warna antara hitam dan putih diantara fasa β -Zr adalah senyawa intermetallic Mo_2Zr ¹⁰⁾.

Adanya Mo juga dapat menstabilkan fasa- β pada sistem biner paduan Zr-Mo, terutama ketika kadar Mo di atas 3%¹¹⁾, dan dengan perlakuan pelarutan maka fasa β -Zr berubah bentuk menjadi *lath* martensite β -Zr⁴⁾. Fasa α -Zr menjadi lebih halus tersebar pada butir fasa β -Zr seiring peningkatan temperatur *solution treatment*. Senyawa intermetallic Mo_2Zr hanya terbentuk pada paduan Zr-5Nb-5Mo.

Pengujian Metalografi Kuantitatif

Pengujian ini dilakukan dengan mengolah gambar struktur mikro menggunakan aplikasi image J. sehingga di dapatkan data grafik persentase fasa β -Zr sebagai berikut:



Gambar 6. Grafik Persentase Fasa β -Zr

Hasil pengujian pada Gambar 6. menunjukkan paduan biner Zr-5Nb memiliki persentase fasa β -Zr sebesar 25,05%, hal ini terjadi karena Nb bersifat *beta stabilizer*⁶⁾, dengan bertambahnya paduan Mo terjadi peningkatan fasa β -Zr terutama pada penambahan Mo 3%wt fasa beta yang dihasilkan 45,05%, meningkat pesat jika dibandingkan dengan Mo 1%wt sebesar 26,96%. Peningkatan ini membuktikan bahwa Mo dapat menjadi *beta stabilizer* pada penambahan 3%wt¹¹⁾. Peningkatan fasa β -Zr berbanding lurus dengan meningkatnya temperatur *solution treatment*, terlihat pada paduan Zr-5Nb-5Mo dengan temperatur 1000°C menghasilkan fasa β -Zr 65,25%.

Pengujian Kekerasan

Pengujian dilakukan menggunakan Rockwell skala C hasil rata-ratanya ditunjukkan oleh Tabel 2. sebagai berikut:

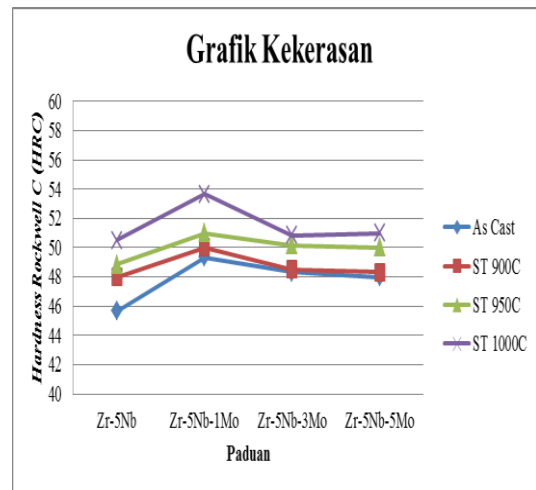
Tabel 2.
Data Kekerasan Spesimen

Paduan	Hardness Rockwell C (HRC) rata-rata			
	As Cast	ST 900°C	ST 950°C	ST 1000°C
Zr-5Nb	45,67	48	48,83	50,5
Zr-5Nb-1Mo	49,33	50	51	53,67
Zr-5Nb-3Mo	48,33	48,5	50,17	50,83
Zr-5Nb-5Mo	48,0	48,33	50	51

Data pengujian kekerasan dibuat menjadi grafik nilai kekerasan spesimen seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7.

Gambar 7. menunjukkan bahwa dari paduan biner Zr-5Nb (*as cast*) menuju paduan Zr-5Nb-1Mo (*as cast*) terjadi peningkatan kekerasan menjadi 49,33 HRC yang diakibatkan dari pengaruh penguatan larutan padat dari 1%wt Mo, pada penambahan Mo sebesar 3%wt terjadi penurunan kekerasan karena peningkatan fasa β -Zr, fasa β -Zr memiliki kekerasan yang lebih rendah dari fasa α -Zr⁴⁾, paduan Zr-5N-5Mo (*as cast*) tidak terjadi penurunan yang

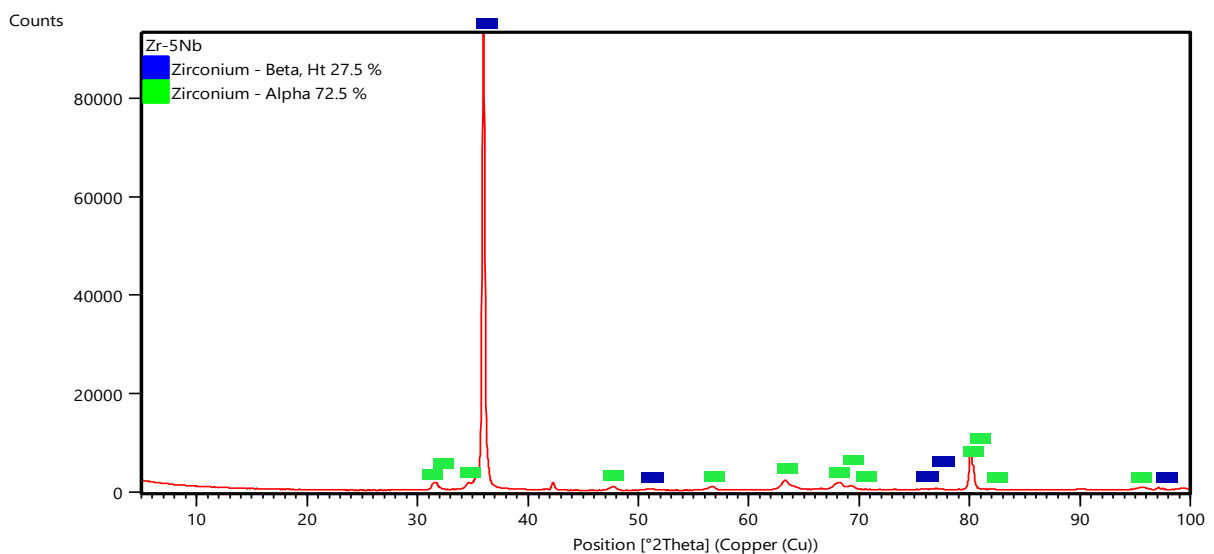
signifikan meskipun fasa β -Zr semakin banyak karena membentuk fasa intermetalik Mo₂Zr di dalam matriks α -Zr¹²⁾. Pada hasil proses *solution treatment* terjadi peningkatan kekerasan yang diakibatkan dari terbentuknya *lath* martensite β -Zr^{4,13)}. Peningkatan temperatur pemanasan dapat meningkatkan kekerasan karena fasa α -Zr semakin halus dan tersebar pada butir fasa β -Zr dengan meningkatnya temperatur pemanasan



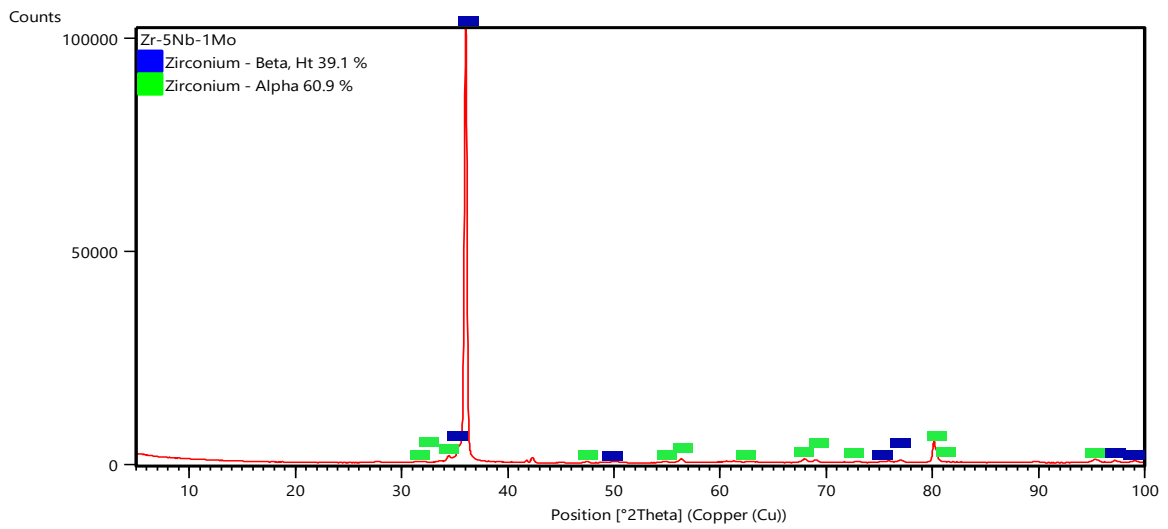
Gambar 7.
Grafik Kekerasan Spesimen

Pengujian XRD (X-Ray Diffraction)

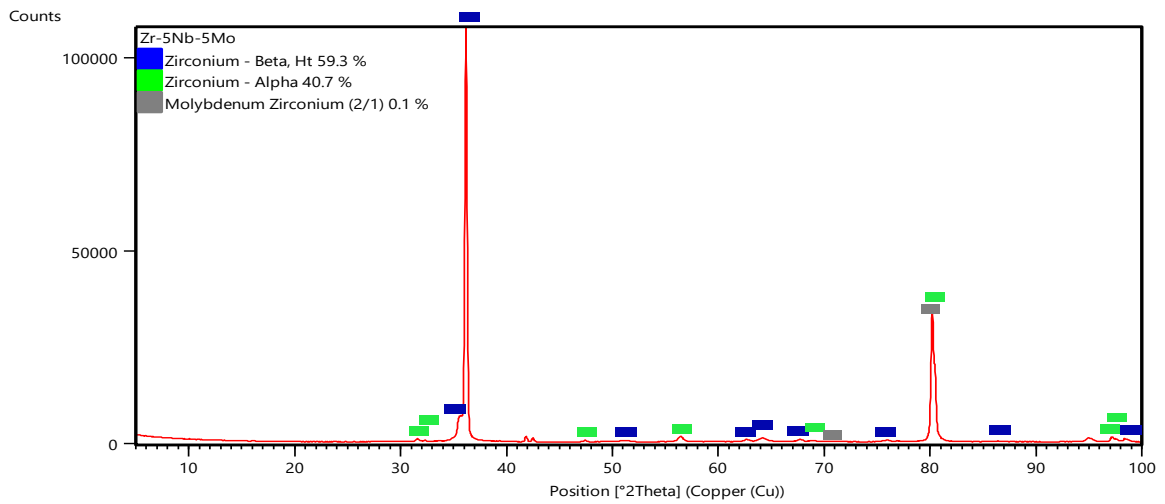
Pengujian XRD menghasilkan grafik seperti pada Gambar 8. berikut ini.



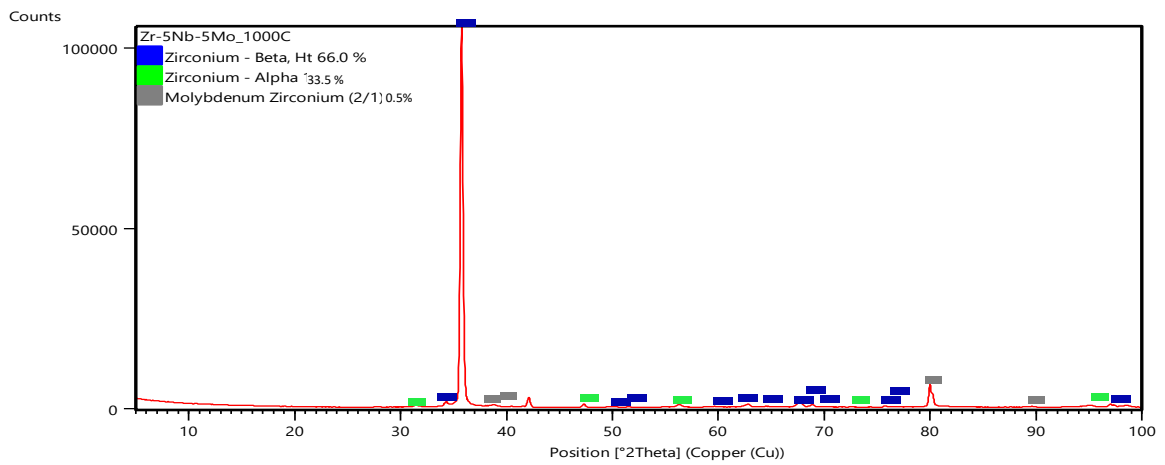
(a)



(b)



(c)



66.0 %

(d)
Gambar 8.
Grafik Hasil XRD

Paduan Zr-5Nb (*as-cast*) (a), paduan Zr-5Nb-1Mo *solution treatment* 900°C (b), paduan Zr-5Nb-5Mo (*as-cast*) (c) dan paduan Zr-5Nb-5Mo *solution treatment* 1000°C (d). Pada Gambar 7. grafik hasil XRD terlihat bahwa paduan biner Zr-5Nb dan paduan Zr-5Nb-1Mo memiliki fasa β -Zr dan fasa α -Zr tetapi untuk paduan Zr-5Nb-5Mo terdapat senyawa intermetalik Mo_2Zr yang sifatnya sebagai penguat pada paduan Zr-Mo¹⁴). Semakin bertambahnya paduan Mo maka meningkatkan jumlah puncak fasa β -Zr sehingga dibuktikan bahwa Mo bersifat sebagai *beta stabilizer*.

SIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa penambahan molibdenum dapat meningkatkan kekerasan paduan Zr-Nb dan meingkatkan persentase fasa β -Zr, fasa β -Zr semakin meningkat maka ketahanan korosi semakin baik, akan tetapi kekerasannya semakin turun. Pada paduan Zr-5Nb-5Mo terbentuk senyawa intermetalik Mo_2Zr yang bersifat sebagai peningkat kekerasan paduan. Proses *solution treatment* meningkatkan persentase fasa β -Zr, tetapi fasa β -Zr yang dihasilkan berbentuk *lath martensite* yang memiliki kekerasan lebih tinggi dari pada fasa β -Zr sebelumnya, peningkatan temperatur pemanasan dapat meningkatkan persentase fasa β -Zr dan kekerasan material, karena fasa α -Zr semakin halus tersebar pada butir fasa β -Zr. Sehingga material yang paling baik untuk diaplikasikan pada biomaterial adalah paduan Zr-5Nb-5Mo dengan *solution treatment* pada temperatur 1000°C karena memiliki kekerasan yang tinggi dan persentase fasa β -Zr yang paling besar, maka ketahanan aus dan ketahanan korosi semakin meningkat dari pada paduan biner Zr-Nb.

UCAPAN TERIMA KASIH

Makalah ini merupakan hasil dari penelitian program strata satu teknik metalurgi UNJANI. Disampaikan kepada BATAN yang telah membantu penulis dalam penelitian dan ke semua pihak di UNJANI yang selalu mendukung penelitian penulis.

DAFTAR PUSTAKA

1. J. Choi and N. S. Wang, "Metals for Biomedical Applications," Biomed. Eng. – From Theory to Appl., pp. 411–430, 2011.
2. D.R. Lide, "Hardness of Minerals and Ceramics," CRC Handb. Chem. Phys., pp. 2313–2314, 2010.
3. R.R. Lima, L. M. Araujo, P. R. Affonso, K. M. Maranhão, and S. S. Lamarão, "Scanning electron microscopic investigation of dentinal tubules in *Cebus apella dentin*," Ci. Anim. Bras, vol. 10, no. 4, p. 1328–1331., 2009.
4. F. Y. Zhou et al., "Microstructure, mechanical property, corrosion behavior, and in vitro biocompatibility of Zr-Mo alloys," J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater., vol. 101 B, no. 2, pp. 237–246, 2013.
5. A. Yamamoto, R. Honma, and M. Sumita, "Cytotoxicity evaluation of 43 metal salts using murine fibroblasts and osteoblastic cells," J. Biomed. Mater. Res., vol. 39, no. 2, pp. 331–340, 1998.
6. D.O. Northwood, "Heat treatment, transformation reactions and mechanical properties of two high strength zirconium alloys," J. Less-Common Met., vol. 61, no. 2, pp. 199–212, 1978.
7. S. Sarker et al., "Developments in the Ni-Nb-Zr amorphous alloy membranes: A review," Appl. Phys. A Mater. Sci. Process., vol. 122, no. 3, 2016.
8. H. L. Yang et al., "Effect of molybdenum on microstructures in Zr-1.2Nb alloys after β -quenching and subsequently 873 K annealing," Mater. Des., vol. 104, pp. 355–364, 2016.
9. J.S. Liang et al., "Compositional screening of Zr-Nb-Mo alloys with CALPHAD-type model for promising biomedical implants," Calphad Comput. Coupling Phase Diagrams Thermochem., vol. 56, no. December 2016, pp. 196–206, 2017.
10. H. Prajitno and Dani Gustaman, "Pembuatan Paduan Zirkaloy Dengan Teknik Pelelehan Tungku Busur Tunggal," Prosiding Pertemuan Ilmial Sains Materi. ISSN 1410–2897, 2010.

11. C.Summary, G. P. Description, G. Process, F. Diagram, and S. Chlorination, "Thomas E . Garner , ' *Zirconium and Hafnium Minerals ,* ' from *Industrial Minerals and Rocks ,* 6th ed ., Society for Mining , Metallurgy , and Exploration , 1994 , pp . 1159-1164 . U . S . Environmental Protection Agency , Development Document for Effluent ," vol. IX, no. May 1989, 1994.
12. W.Chubb, "*High-5trength Zirconium Alloy*": Zr-4 Wt Pet," no. April, pp. 461–468, 1957.
13. B.Bandriyana, "*Effect Of β -Quenching On Oxidation Resistance Of Zirconium Alloyzrnbmoge For Fuel Cladding Material,*" KnE Energy, vol. 1, no. 1, pp. 1–6, 2016.
14. Suyalatu et al., "*Microstructure and magnetic susceptibility of as-cast Zr-Mo alloys,*" Acta Biomater., vol. 6, no. 3, pp. 1033–1038, 2010.