

PELAPISAN HIDROKSIAPATIT DI PERMUKAAN STAINLESS STEEL 316L MENGGUNAKAN METODE *DIP COATING* DENGAN VARIASI JUMLAH HIDROKSIAPATIT

Ulfah Naida Marbun¹⁾, Ahmad Fadli²⁾, Silvia Reni Yenti²⁾

¹⁾Mahasiswa Program Studi Sarjana Teknik Kimia, ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Riau
Kampus Bina Widya Jl. HR Soebrantas KM 12,5 Pekanbaru, 28293
Email: ulfah.naida@gmail.com

ABSTRACT

The 316L stainless steel is widely used as implant, but it still has some downsides such as low biocompatibility and it will release metal ion in the body. Therefore coating the surface of the metal with hydroxyapatite is done to resolve these problems. Coating thickness is an important parameter in the coating process. The purpose of this research is to study the effect of HA amount to the coating thickness. The procedures in this research are making of HA slurry, substrate preparation, coating process, drying and sintering. The fixed variables in this research are 3 gram of polyethylene glycol, 54 ml of aquades, stirring rate of 300 rpm for 20 hours, immersion time is 10 seconds, drying at 110 °C for 30 minutes, sintering at 700 °C for 1 hour, one time dipping, substrate sterilization for 15 minutes, and substrate drying at 110 °C for 10 minutes. The changeable variable is the amount of HA as much as 18 and 24 gram. This study concluded that the more amount of HA used, the thicker coating thickness achieved. The HA coating thickness achieved in this research are in the range of 126-223 μm.

Keywords: coating thickness, dip coating, hydroxyapatite, 316L stainless steel.

1. PENDAHULUAN

Kasus cedera tulang di Indonesia terus meningkat setiap tahunnya. Kasus cedera tulang dapat terjadi akibat kecelakaan lalu lintas, terjadinya bencana alam, serta penyakit tulang seperti osteoporosis. Menurut Badan Pusat Statistik (2019), jumlah kecelakaan di Indonesia pada tahun 2015 mencapai 98.970 kasus dan mengalami peningkatan pada tahun 2016 menjadi 106.644 kasus. Bencana alam juga menjadi salah satu penyebab kasus cedera tulang, sebagai contoh sekitar 80% korban pada gempa dan tsunami di Donggala dan Palu pada September 2018 membutuhkan penanganan ortopedi (Suwarno, 2018).

Tingginya angka kasus cedera tulang mengakibatkan peningkatan permintaan prostesis, yaitu komponen

buatan menyerupai tulang atau implan tulang. *Stainless steel* mempunyai sifat nontoksik, kuat, tahan korosi, dan mudah dibentuk. Namun beberapa sifat *stainless steel* dapat menjadi kendala dalam biokompatibilitas dengan *host* (media yang berinteraksi), antara lain adanya korosi lokal, pelarutan dari permukaan, tidak dapat meregenerasi tulang baru, serta mempengaruhi bioaktivitas dalam tubuh.

Hidroksiapatit (HA) yang memiliki rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan bentuk mineral dari kalsium apatit yang terbentuk secara alami dan memiliki kesamaan komposisi kimia dengan jaringan tulang asli (Javidi, 2008). Proses pelapisan hidroksiapatit menggunakan metode *dip coating* merupakan metode pelapisan yang paling

sederhana dan murah karena alat yang digunakan berupa *dip coating unit* sederhana untuk mencelupkan substrat pada *slurry* hidroksiapatit.

Ketebalan lapisan merupakan salah satu parameter penting dalam proses pelapisan. Persyaratan ketebalan lapisan HA adalah 50-200 μm (Heimann, 2002). Tujuan penelitian ini adalah untuk melihat pengaruh jumlah HA pada *slurry* terhadap ketebalan lapisan yang dihasilkan pada permukaan substrat.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Bahan dan alat yang digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah hidroksiapatit (Lianyungan Kede Chemical Industry co. Ltd, China), *stainless steel* 316L (Jindal Stainless, India), polietilen glikol (Sigma Aldrich, Amerika), aseton (Merck, Jerman), dan akuades (Brataco Chemical, Indonesia).

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *dip coating unit* sebagai alat pelapisan hidroksiapatit pada substrat, *furnace* untuk proses *sintering*, kertas amplas grit 1200, oven untuk proses *drying*, cawan porselen, gelas kimia, *magnetic stirrer*, batang pengaduk, spatula, dan neraca analitik.

2.2 Variabel penelitian

Variabel tetap pada penelitian ini adalah massa polietilen glikol 3 gram, volume akuades 54 ml, kecepatan pengadukan 300 rpm, waktu pengadukan 20 jam, pencelupan selama 10 detik, temperatur *drying* setelah pelapisan 110 °C selama 30 menit, temperatur *sintering* 700 °C selama 1 jam, pencelupan sebanyak satu kali, waktu sterilisasi substrat 15 menit, dan temperatur pengeringan substrat 110 °C selama 10 menit.

Variabel berubah pada penelitian ini adalah jumlah hidroksiapatit yang digunakan dalam pembuatan *slurry*, yaitu sebanyak 18 dan 24 gram.

2.3 Prosedur penelitian

Prosedur penelitian ini terdiri dari persiapan suspensi, persiapan substrat, proses pelapisan, dan karakterisasi. Suspensi yang digunakan dalam proses pelapisan ini adalah *slurry* hidroksiapatit. Hidroksiapatit ditimbang sesuai jumlah yang telah ditentukan dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan akuades sebanyak 54 ml dan PEG sebanyak 3 gram. Suspensi kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 300 rpm selama 20 jam hingga menghasilkan *slurry*.

Pada persiapan substrat, *stainless steel* 316L dipotong dengan ukuran 2 cm $\times$ 3 cm $\times$ 0,1 cm, kemudian diampas menggunakan kertas amplas grit 1200. Substrat kemudian disterilkan dengan cara direndam dalam aseton selama 15 menit, setelah itu dibilas menggunakan akuades dan dikeringkan menggunakan oven dengan temperatur 110 °C selama 10 menit.

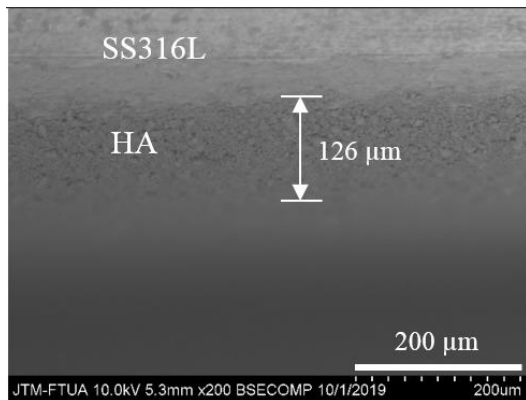
Substrat yang telah steril dipasangkan ke alat *dip coating*. Gelas kimia yang berisi suspensi diletakkan di bawah alat pencelup. Hidupkan alat *dip coating*. Kemudian proses *dipping* dimulai dengan cara mencelupkan substrat kedalam suspensi. Ketika $\frac{3}{4}$ substrat telah tercelup maka matikan alat dan biarkan selama 10 detik, kemudian alat dijalankan kembali. Maka terjadilah proses *withdrawn*, yaitu ketika substrat yang berada dalam suspensi ditarik ke atas. Sehingga lapisan menempel pada substrat dengan sendirinya. Selanjutnya dilakukan proses *drying* menggunakan oven pada temperatur 110 °C selama 30 menit dan proses *sintering* pada temperatur 700 °C selama 1 jam.

Sampel kemudian dikarakterisasi dengan analisis SEM dan XRD. *Scanning electron microscopy* (SEM) berfungsi untuk mengetahui morfologi dan ketebalan lapisan HA yang terbentuk pada substrat. Pengujian menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) bertujuan untuk

mengetahui fasa kristalin lapisan HA pada substrat.

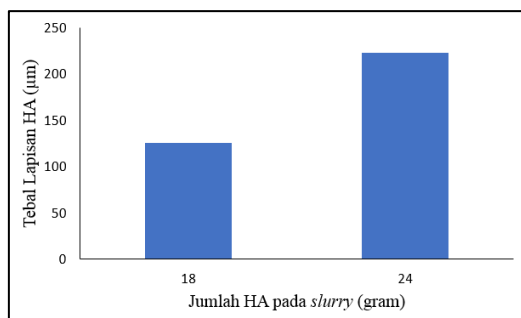
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh variasi jumlah HA terhadap ketebalan lapisan HA yang dihasilkan pada permukaan *stainless steel* 316L. Hasil analisis SEM sampel pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil SEM ketebalan lapisan pada jumlah HA sebanyak 18 gram

Gambar 1 (a) merupakan hasil analisis SEM substrat *stainless steel* 316L yang telah dilapisi menggunakan *slurry* dengan komposisi HA sebanyak 18 gram. Tebal lapisan yang dihasilkan adalah 126 µm. Gambar 1 (b) adalah hasil analisis SEM lapisan ketika jumlah HA pada *slurry* ditambah menjadi 24 gram. Tebal lapisan yang diperoleh adalah 223 µm. Grafik hubungan jumlah HA pada *slurry* dengan ketebalan lapisan HA dapat dilihat pada Gambar 2.



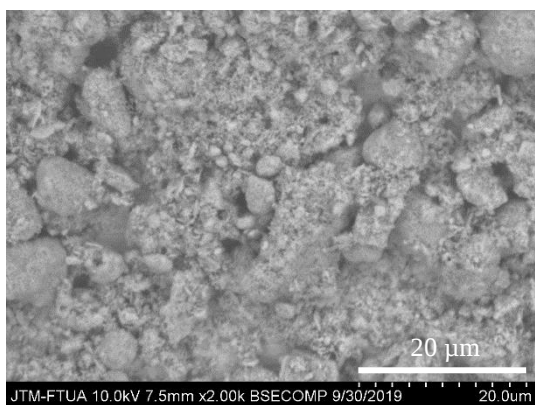
Gambar 2. Pengaruh jumlah HA terhadap ketebalan lapisan

Berdasarkan Gambar 2 dapat dilihat bahwa jumlah HA pada *slurry* mempengaruhi ketebalan lapisan HA yang dihasilkan. Semakin banyak HA yang digunakan maka semakin tebal lapisan yang dihasilkan. Peningkatan ketebalan ini disebabkan oleh kekentalan *slurry* HA. Semakin banyak jumlah HA yang digunakan maka semakin kental *slurry* HA yang dihasilkan sehingga semakin tebal lapisan yang terbentuk pada permukaan substrat.

Hal ini sesuai dengan penelitian Yusoff *et al.* (2014), yaitu peningkatan ketebalan lapisan dipengaruhi oleh peningkatan kekentalan suspensi yang digunakan. Yusoff *et al.* (2014) melakukan pelapisan PCL/HA pada permukaan substrat Ti6Al4V menggunakan metode *dip coating*. Konsentrasi PCL pada suspensi divariasikan sebanyak 0, 10, 30, dan 50% berat. Ketebalan lapisan yang dihasilkan pada penelitian tersebut berturut-turut adalah 97,9 µm; 135,9 µm; 184,4 µm; dan 223,5 µm.

Pada penelitian ini telah diperoleh hasil pelapisan HA yang memenuhi persyaratan ketebalan lapisan HA 50-200 µm, yaitu pada sampel dengan jumlah HA pada *slurry* sebanyak 18 gram. Sedangkan pada sampel dengan jumlah HA pada *slurry* 24 gram, ketebalan lapisan yang dihasilkan melwati batas persyaratan. Morfologi lapisan HA pada permukaan substrat dapat dilihat pada Gambar 3.

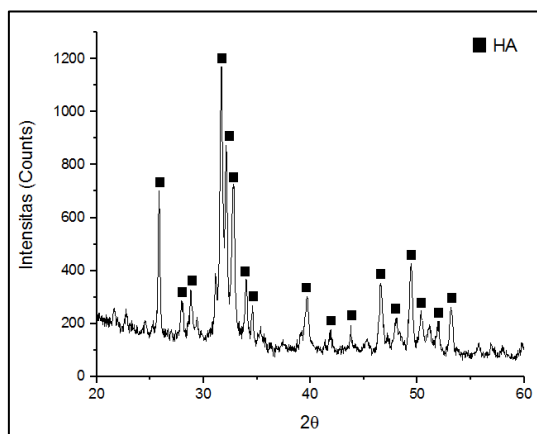
Morfologi permukaan lapisan pada Gambar 3 memperlihatkan bahwa lapisan HA telah menutupi seluruh permukaan substrat *stainless steel* 316L. Partikel HA yang terbentuk berupa partikel kecil dan partikel besar. Terbentuknya partikel yang lebih besar disebabkan oleh proses *sintering*. Proses *sintering* mengakibatkan partikel HA menyatu sehingga meningkatkan ukuran butir bubuk HA (Rad *et al.*, 2014).



Gambar 3. Hasil SEM morfologi lapisan HA pada permukaan *stainless steel* 316L

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui fase kristalin lapisan yang terbentuk pada permukaan *stainless steel* 316L. Difraktogram XRD lapisan HA pada permukaan substrat dapat dilihat pada Gambar 4.

Berdasarkan data dari ICDD (*International Centre for Diffraction Data*), nilai hkl karakteristik hasil analisis XRD HA standar dengan kode referensi 01-072-1243 adalah (002), (211), dan (112) dengan sudut 2θ 25,875°; 31,741°; dan 32,179°.



Gambar 4. Difraktogram XRD lapisan HA pada permukaan substrat

Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa puncak-puncak dengan intensitas tertinggi adalah pada sudut 2θ 25,8003°; 31,7929°; dan 32,8452° membuktikan bahwa lapisan yang terbentuk pada permukaan substrat *stainless steel* 316L adalah HA. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa

tidak ada fase selain HA yang terbentuk pada lapisan di permukaan *stainless steel* 316L.

4. KESIMPULAN

Jumlah hidroksiapatit pada *slurry* mempengaruhi ketebalan lapisan yang dihasilkan. Semakin banyak hidroksiapatit yang digunakan, maka semakin tebal lapisan pada permukaan substrat. Ketebalan lapisan yang dihasilkan ketika menggunakan HA sebanyak 18 gram adalah 126 μm dan meningkat menjadi 223 μm ketika menggunakan HA sebanyak 24 gram.

Hasil XRD menunjukkan bahwa HA telah melapisi permukaan substrat dan tidak ada fase selain HA yang terbentuk pada lapisan.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada RISTEKDIKTI atas pembiayaan penelitian ini pada tahun 2019.

DAFTAR PUSTAKA

- Badan Pusat Statistik. (2019). Diakses pada 9 April 2019. <https://www.bps.go.id/site/resultTab>
- Heimann, R. B. (2002). Materials science of crystalline bioceramics: a review of basic properties and applications. *Chiang Mai University Journal*, 1, 23-46.
- Javidi, M., Javadpour, S., Bahrololoom, M. E., & Ma, J. (2008). Electrophoretic deposition of natural hydroxyapatite on medical grade 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: C*, 28, 1509-1515.
- Rad, A. T., Solati-Hashjin, M., Osman, N. A. A., & Faghihi, S. (2014). Improved bio-physical performance of hydroxyapatite coatings obtained by electrophoretic deposition at dynamic voltage. *Ceramics International*, 40, 12681-12691.

- Suwarno, P. (2018). 80 Persen korban gempa alami patah tulang Sekjen IDI Plus Relawan Turun Langsung ke Lokasi. <http://kaltim.tribunnews.com/2018/10/04/80-persen-korban-gempa-alami-patah-tulang-sekjen-idi-plus-relawan-turun-langsung-ke-lokasi>. Diakses pada 9 April 2019.
- Yusoff, M. F. M., Kadir, M. R. A., Iqbal, N., Hassan, M. A., & Hussain, R. (2014). Dipcoating of poly (ϵ -caprolactone)/hydroxyapatite composite coating on Ti6Al4V for enhanced corrosion protection. *Surface and Coatings Technology*, 245, 102-107.