

PELAPISAN HIDROKSIAPATIT PADA STAINLESS STEEL 316L MENGUNAKAN METODE *DIP COATING* DENGAN VARIASI RASIO *BINDER* PATI SAGU DAN WAKTU PENGADUKAN

Putri Husni Hidayah¹, Ahmad Fadli², Amun Amri²

¹Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²Dosen Jurusan Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293

¹Email : putrihusnih@gmail.com

ABSTRACT

Utilization of stainless steel 316L as bone implant could be done by coating hydroxyapatite on it's surface, to obtain a material with good biocompatibility and mechanical strength. The purpose of this research is to coating hydroxyapatite on stainless steel 316L using starch as binder and understand the influence of binder ratio and stirring time on characters of coating hydroxyapatite deposited by dip coating method. Stainless steel was cut into size 2×3 cm² and sterilized with acetone. The substrat then dipped into solution which consist of 10 gram hydroxyapatite, 20 gram aquadest and starch 1; 1,25 and 1,5 gram. The substrat was dried at 110°C for 30 minutes and then sintered at 800°C for 1 hour. The result of SEM analysis showed that at 16 and 20 hour stirring time the coating thickness increased from 35 μm to 77 μm. At 24 hour stirring time the obtained thickness was decrease to 60 μm. The coating thickness decreased with binder ratio, at binder ratio addition the thickness obtained was 60 μm, 58 μm and 35 μm, respectively. The shear strength was increase with binder ratio. While increasing stirring time decreased the shear strength. The highest shear strength obtained is 3,07 MPa. The layer that deposited on the substrat is contain 99,4% hydroxyapatite based on XRD analysis result.

Keywords : Binder, Dip Coating, Hydroxyapatite, Stainless Steel.

1. Pendahuluan

Berdasarkan data Badan Pusat Statistik Nasional (2015) jumlah kecelakaan yang terjadi di Indonesia pada tahun 2007 sebanyak 49553 kecelakaan, dan terus meningkat setiap tahunnya yaitu 59164 kecelakaan pada tahun 2008, 62960 kasus pada tahun 2009, 66488 kasus pada tahun 2010, 108696 dan 117949 kasus pada tahun 2011 dan 2012, dimana patah tulang merupakan salah satu kasus yang paling banyak terjadi dalam kecelakaan. Kasus patah tulang juga dapat terjadi akibat osteoporosis. Tingginya angka kasus patah tulang menyebabkan tingginya kebutuhan akan implan tulang.

Hidroksiapatit telah diketahui sebagai material pengganti yang baik untuk implan tulang dan gigi dalam dunia kesehatan disebabkan karena kemiripan

sifat kimia dan biologinya dengan jaringan tulang manusia. Meskipun demikian hidroksiapatit memiliki kekuatan mekanik yang kurang baik sehingga kurang cocok digunakan sebagai pengganti tulang yang menopang bagian tubuh yang berat [Mohseni dkk., 2014].

Metal atau logam merupakan suatu material yang memiliki kriteria mekanik yang kuat dan mampu menahan berat tubuh jika digunakan sebagai material pengganti tulang. Akan tetapi sifat kimia dan biologi dari logam tidak sesuai dengan jaringan tulang manusia sehingga menghasilkan ketidakstabilan implan [Rad dkk, 2014].

Hidroksiapatit memiliki sifat mekanik yang kurang baik sehingga digunakan sebagai pelapis (*coating*) pada permukaan material logam untuk

mengkombinasikan kekuatan dan kekerasan permukaan logam dengan sifat *bioactive* dari hidroksiapatit. Penggunaan hidroksiapatit sebagai *coating* juga dapat meningkatkan ketahanan logam terhadap korosi dan kemampuan mengikat implan terhadap jaringan tulang [Rad dkk, 2014].

Stainless steel 316L merupakan salah satu material yang paling sering digunakan sebagai material implan. Komposisi *stainless steel* 316L terdiri dari Cr, Ni, Mo, dan kadar C yang rendah sehingga material ini lebih kuat dibandingkan dengan *steel* dan lebih tahan terhadap korosi terutama terhadap korosi akibat larutan klorida [Hermawan, 2011].

Salah satu faktor yang mempengaruhi kekuatan adhesi pada *coating* hidroksiapatit adalah *binder*, dimana *binder* berfungsi membantu proses deposisi yang terjadi pada permukaan substrat. Sagu merupakan tanaman tropis yang banyak tumbuh di Indonesia. Pemanfaatan sagu dalam bentuk pati selama ini terbatas hanya sebagai bahan pangan. Menurut Belitz (2009) sagu dapat dimanfaatkan sebagai *binder*, *thickener*, dan *stabilizer*. Sehingga pada penelitian ini sagu dimanfaatkan sebagai *binder* dalam proses pelapisan hidroksiapatit pada *stainless steel* 316L.

Pembuatan *coating* hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai metode deposisi seperti *thermal spraying*, *sputtering*, *electrophoretic deposition*, dan *dip coating*. Metode *dip coating* merupakan metode deposisi yang memiliki kelebihan seperti biaya yang murah dan prosesnya yang sederhana. Selain itu metode ini juga dapat digunakan untuk melapisi substrat dengan bentuk yang kompleks. Berdasarkan kelebihan tersebut maka metode *dip coating* dipilih sebagai metode deposisi dalam pelapisan hidroksiapatit pada logam *stainless steel*.

Coating hidroksiapatit yang dihasilkan diharapkan dapat memenuhi karakter *coating* sebagai implan. Menurut Jung dkk. (2012) *coating* hidroksiapatit yang baik untuk pengaplikasian sebagai

implan adalah *coating* yang memiliki permukaan dengan lapisan yang tipis dan seragam, ikatan yang kuat antara logam dan hidroksiapatit, bentuk kristal hidroksiapatit yang baik, serta tidak adanya *cracking* yang terbentuk.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Bahan dan Alat yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Hidroksiapatit [Lianyungang Kede Chemical Industry co. Ltd, China], Sagu [Puri Pangan Sejahtera, Indonesia] sebagai *binder*, Akuades sebagai pelarut, dan Aseton untuk membersihkan *stainless steel* 316L

Alat-alat yang digunakan antara lain adalah *dip coating unit*, *furnace* (Nabertherm, Jerman) yang berfungsi untuk *sintering* sampel, *stopwatch* untuk mengukur lama pencelupan, serta kertas amplas, gelas kimia, timbangan, dan *magnetic stirrer* yang digunakan untuk persiapan suspensi dan substrat.

2.2 Prosedur Penelitian

a. Persiapan Suspensi

Hidroksiapatit ditimbang sebanyak 10 gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan akuades sebanyak 20 gram, serta sagu yang telah ditimbang sebanyak 1; 1,25 dan 1,5 gram. Larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 16, 20 dan 24 jam.

b. Persiapan Substrat

Stainless steel 316L dipotong dengan ukuran 2 x 3 cm, kemudian di amplas. *Stainless steel* yang telah di amplas disterilkan dengan cara direndam dalam aseton selama 15 menit, setelah itu dibilas menggunakan akuades. Substrat kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan temperatur 80 °C selama 10 menit.

c. Proses Pelapisan

Substrat yang telah disterilkan dicelupkan kedalam suspensi selama 20 detik, dan dilakukan 1 kali pencelupan. Substrat yang telah dilapisi hidroksiapatit kemudian dikeringkan dengan suhu 110 °C

selama 30 menit, kemudian disintering dengan temperatur 800 °C selama 1 jam.

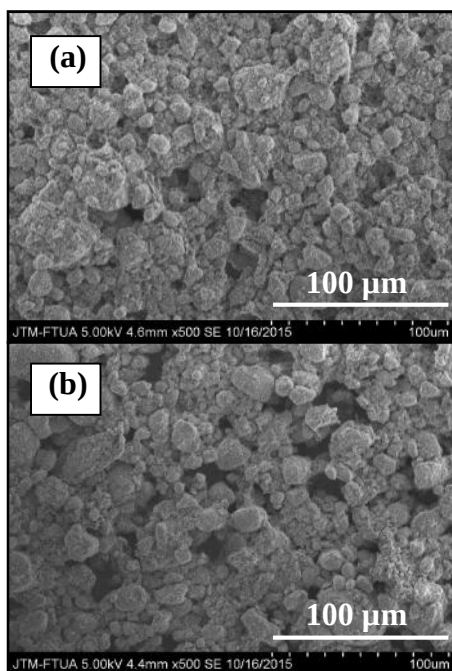
d. Karakterisasi

Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui ketebalan lapisan hidroksiapatit dan keadaan permukaan lapisan. *X-ray diffraction* (XRD) bertujuan untuk melihat senyawa kimia yang terdeposisi pada substrat, sedangkan *Autograph* digunakan untuk mengetahui *shear strength* dari *coating* hidroksiapatit yang dihasilkan.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisa SEM

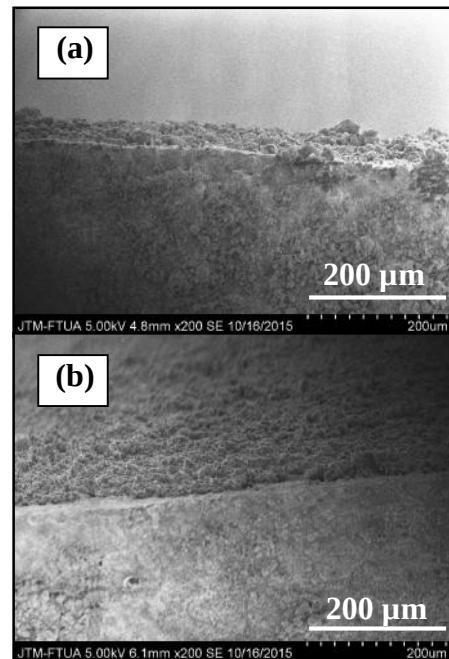
Rasio *binder* yang digunakan berpengaruh terhadap *coating* yang dihasilkan. Gambar 1 merupakan hasil SEM permukaan *coating* pada berbagai rasio *binder*.



Gambar 1. Hasil SEM Permukaan *Coating* pada Pengadukan 24 jam dan Rasio *Binder:HA:Akuades* (a) 1,5:10:20, (b) 1:10:20.

Rongga pada permukaan *coating* terlihat semakin banyak pada rasio *binder* yang lebih banyak. Rongga pada permukaan lapisan tersebut merupakan hasil dari *binder* yang habis terbakar dan

meninggalkan rongga pada permukaan lapisan. Dapat dilihat bahwa hidroksiapatit melapisi seluruh permukaan substrat tanpa adanya *cracking*.

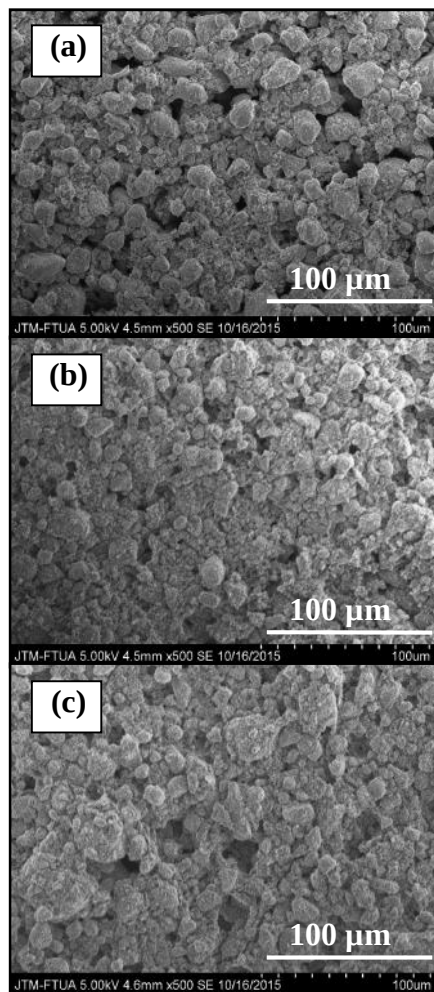


Gambar 2. Tampak Lintang *Coating* pada Pengadukan 24 jam dan Rasio *Binder:HA:Akuades* (a) 1,5:10:20, (b) 1,25:10:20.

Dari Gambar 2 tersebut dapat diukur ketebalan dari lapisan hidroksiapatit yang terdeposisi pada permukaan substrat. Pada rasio *binder:HA:akuades* 1,5:10:20 diperoleh ketebalan sekitar 35 µm dan pada rasio 1,25:10:20 sekitar 58, sedangkan pada rasio 1:10:20 diperoleh lapisan dengan ketebalan 60 µm,

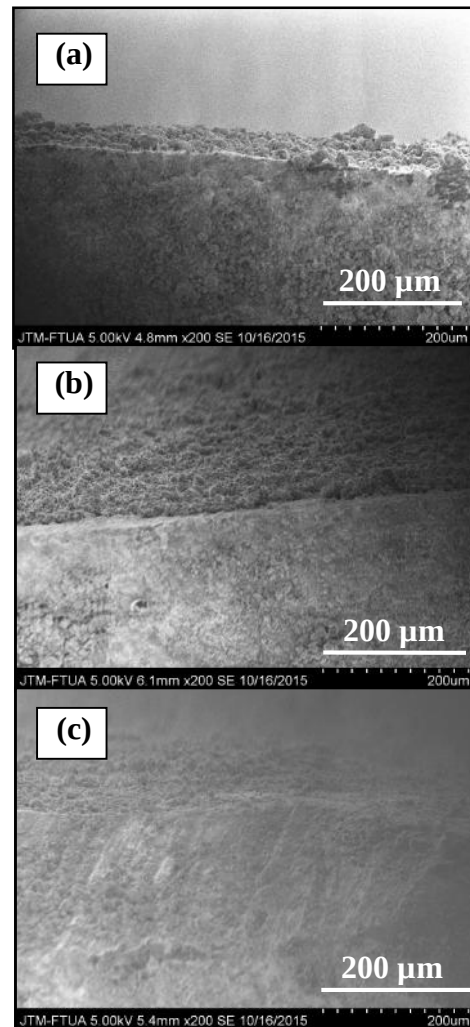
Gambar 3 menunjukkan pengaruh waktu pengadukan terhadap permukaan *coating* hidroksiapatit. Waktu pengadukan berpengaruh terhadap ukuran partikel hidroksiapatit yang terdeposisi, semakin lama waktu pengadukan maka ukuran partikel akan semakin kecil. Hal ini terjadi karena pengadukan menyebabkan partikel dalam suspensi terdispersi, semakin lama waktu pengadukan maka dispersi partikel akan semakin optimal. Akan tetapi penggunaan *magnetic stirrer* yang menghasilkan aliran radial dalam suspensi

menyebabkan dispersi partikel tidak terjadi secara maksimal, sehingga menyebabkan partikel dalam suspensi mengalami aglomerasi.



Gambar 3. Hasil SEM Permukaan Coating pada Rasio Binder:HA:Akuades 1,25:10:20 dan Pengadukan (a)16 jam, (b)20 jam, (c) 24 jam.

Gambar 4 merupakan tampak lintang dari *stainless steel* 316L yang telah dilapisi hidroksiapatit menggunakan rasio binder:HA:akuades 1,25:10:20 pada berbagai variasi waktu pengadukan, yaitu 16 jam, 20 jam, dan 24 jam. Pada waktu pengadukan 16 jam diperoleh lapisan dengan ketebalan sekitar 35 μm dan mengalami peningkatan menjadi 77 μm pada waktu pengadukan 20 jam. Akan tetapi ketebalan lapisan kembali mengalami penurunan pada waktu pengadukan 24 jam yaitu sekitar 60 μm .



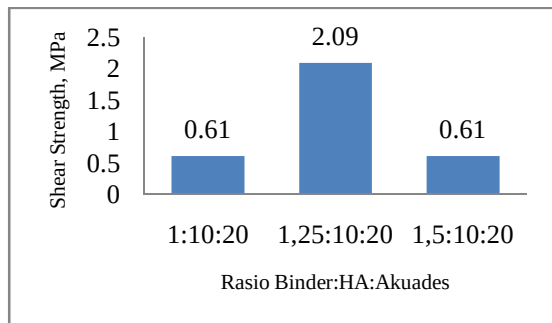
Gambar 4. Tampak Lintang Coating pada Rasio Binder:HA:Akuades 1,25:10:20 dan Pengadukan (a)16 jam, (b)20 jam, dan (c)24 jam.

Semakin lama waktu pengadukan maka partikel dalam suspensi akan semakin terdispersi, dan menghasilkan suspensi yang lebih stabil sehingga ketebalan coating yang diperoleh akan semakin tinggi. Akan tetapi dengan bertambahnya waktu pengadukan partikel mengalami aglomerasi dan menyebabkan partikel tidak terdispersi secara maksimal dan menghasilkan coating yang lebih tipis.

3.2 Analisa Autograph

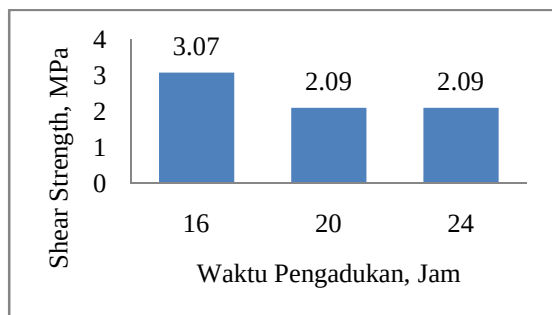
Analisa menggunakan autograph dilakukan untuk mengetahui *shear strength* dari coating yang dihasilkan. Gambar 5 merupakan grafik hasil analisa

shear strength pada berbagai variasi rasio *binder*.



Gambar 5. Grafik Hubungan Antara *Shear Strength* Rasio Binder yang Digunakan.

Menurut Tian dkk. (2007) penambahan rasio *binder* dapat meningkatkan kekuatan ikatan hingga titik tertentu dimana penambahan *binder* akan menyebabkan penurunan kekuatan ikatan. Hal ini dapat terjadi karena kekuatan ikatan sangat dipengaruhi oleh tingkat kehomogenan lapisan yang terbentuk, semakin homogen lapisan yang terbentuk maka kekuatan ikatan akan semakin kuat.



Gambar 6. Grafik Hubungan Antara *Shear Strength* dan Waktu Pengadukan

Gambar 6 merupakan grafik yang menunjukkan hubungan antara waktu pengadukan dan *shear strength* yang diperoleh. Berdasarkan data yang telah dibahas sebelumnya diketahui bahwa semakin lama waktu pengadukan maka *coating* yang dihasilkan akan semakin tebal. Menurut hasil penelitian yang dilakukan oleh Wang dan Zheng (2014) kekuatan ikatan pada *coating* semakin rendah dengan bertambahnya ketebalan *coating*. Sehingga dapat disimpulkan

bahwa penurunan nilai *shear strength* pada penambahan waktu pengadukan terjadi karena lapisan yang terdeposisi semakin tebal.

Hasil analisa *shear strength* menunjukkan bahwa *coating* hidroksiapatit yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki nilai *shear strength* maksimum 3,07 MPa. Nilai tersebut masih belum memenuhi nilai *shear strength* minimum untuk implan, yaitu 22 MPa [Bose dkk., 2015]. Hal ini dapat disebabkan oleh berbagai faktor.

Kekasaran permukaan substrat dapat meningkatkan kekuatan ikatan antara substrat dan *coating*, semakin kasar permukaan substrat maka kekuatan ikatannya akan semakin tinggi [Man dkk, 2009]. Temperatur *sintering* juga sangat mempengaruhi *shear strength*, semakin tinggi temperatur *sintering* maka nilai *shear strength* akan semakin tinggi [Aminatun, 2015]. Menurut Sridhar (2003) temperatur *sintering* yang rendah menghasilkan *coating* hidroksiapatit dengan densitas dan *bonding strength* yang rendah, sehingga temperatur *sintering* dapat ditingkatkan lagi untuk memperoleh nilai *shear strength* yang lebih tinggi.

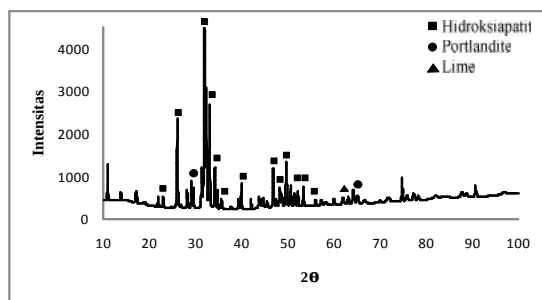
Ukuran partikel dari hidroksiapatit yang digunakan juga mempengaruhi *shear strength* yang dihasilkan. Ukuran partikel yang lebih kecil atau nano dapat menghasilkan lapisan dengan struktur yang lebih rata, homogen, dan tidak terlalu tebal [Horinka, 1995]. Sehingga *bonding strength* antara *coating* dengan substrat akan meningkat.

Nilai *shear strength* yang rendah pada penelitian ini juga dapat disebabkan oleh proses pengadukan yang kurang baik. Dalam pembentukan suspensi, pengadukan yang baik adalah pengadukan yang menghasilkan aliran dengan turbulensi yang optimum, sehingga partikel dapat terdispersi dengan baik di dalam suspensi dan difusi antar molekul juga dapat terjadi dengan maksimal. Untuk menghasilkan suatu aliran dengan turbulensi yang baik

maka pengadukan lebih baik menggunakan *impeller* tipe turbin ataupun *paddle* [Jirout dan Jieger, 2006]. Selain itu *shear strength* yang rendah juga dapat disebabkan karena pati sagu yang digunakan sebagai *binder* belum mengalami proses gelatinisasi yang sempurna. Menurut Singh dkk. (2015) proses gelatinisasi akan sempurna jika proses pencampuran air dan sagu dilakukan dengan penambahan panas (70-80 °C), sehingga sagu dapat secara optimum membentuk matriks yang dapat meningkatkan difusi hidroksiapatit.

3.3 Analisa XRD

Analisa XRD dilakukan untuk mengetahui senyawa kimia pada sampel dan komposisinya. Hasil difraktogram *coating* hidroksiapatit dengan waktu pengadukan 24 jam dan rasio *binder* 1,25:10:20 dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Difraktogram Hasil *Coating* Hidroksiapatit pada Waktu Pengadukan 24 Jam dan Rasio *Binder* 1,25:10:20.

Gambar 7 merupakan difraktogram dari *coating* yang dihasilkan. Dimana puncak-puncak hidroksiapatit pada gambar memiliki hkl yang mirip dengan pola karakterisasi hidroksiapatit standar dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) yaitu (002), (112) dan (300) dengan sudut 2θ 25,879°; 32,196° dan 32,902°. Puncak HA yang terdapat pada Gambar 4.10 dengan sudut 2θ yaitu 25,927°; 32,262° dan 32,988°. Dari hasil difraktogram tersebut juga dapat diketahui komposisi senyawa penyusun *coating* hidroksiapatit, yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Senyawa yang Terdapat pada *Coating* Hidroksiapatit

Komponen	Komposisi (%)
Hidroksiapatit	99,4
<i>Portlandite</i> (CaOH_2)	0,5
<i>Lime</i> (CaO)	0,1

Berdasarkan hasil analisa XRD tersebut dapat disimpulkan bahwa *coating* hidroksiapatit ini memenuhi syarat sebagai implan. Dimana kemurnian minimum hidroksiapatit yang diperbolehkan adalah > 95% [Heimann, 2002], dan pada penelitian ini komposisi dari hidroksiapatit yang terdepositasi adalah 99,4%.

4. Kesimpulan

Pelapisan hidroksiapatit pada *stainless steel* 316L dengan *binder* pati sagu telah berhasil dilakukan dengan menggunakan metode *dip coating*, dimana semakin besar rasio *binder* yang digunakan maka ketebalan lapisan akan semakin rendah. Penambahan waktu pengadukan juga menyebabkan penurunan nilai *shear strength*.

5. Daftar Pustaka

- Aminatun, Apsari, R., Yusuf, Y., dan Suhariningsih, (2015), Synthesis and Characterization of Hydroxyapatite Layer on Cobalt Alloys Through Dip Coating Method As A Prosthetic Bone Implant Candidate, *Journal of Optoelectronics and Biomedical Materials*, 7(1): 11-18.
- Badan Pusat Statistik Nasional, (2015), *Jumlah Kecelakaan, Korban Mati, Luka Berat, Luka Ringan, dan Kerugian Materi yang Diderita Tahun 1992-2013*, <http://www.bps.go.id/linkTabelStatis/view/id/1415>, diakses pada 26 Februari 2015.
- Belitz, H.D., Grosch, W. dan P. Schieberle., (2009), *Food Chemistry*, 4th edition, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg.

- Bose, S., Tarafder, S., dan A. Bandyopadhyay., (2015), Hydroxyapatite Coatings for Metallic Implants, Mucalo, M. (ed.), *Hydroxyapatite (Hap) for Biomedical Applications*, Woodhead Publishing, Cambridge.
- Heimann, R.B., (2002), Materials Science of Crystalline Bioceramics: A Review of Basic Properties and Applications, *Chiang Mai University Journal*, 1(1): 23-46.
- Hermawan, H., Ramdan, D., dan J.R.P. Djuansyah., (2011), *Metals for Biomedical Applications*, <http://www.intechopen.com/books/biomedical-engineering-from-theory-toapplications>, diakses pada 26 Februari 2015.
- Horinka, P.R., (1995), Powder Particle Size: Its Effects on Coating Line Performance, Morton International, Powder Coating.
- Jirout, T. dan F. Jieger, (2006), Impeller Design for Mixing of Suspension, Faculty of Mechanical Engineering, Czech Technical University, Prague.
- Jung, U.W., Hwang, J.W., Choi, D.Y., Hu, K.S., Kwon, M.K., Choi, S.H., dan H.J. Kim, (2012), Surface Characteristics of A Novel Hydroxyapatite-Coated Dental Implant, *Journal of Periodontal and Implant Science*, 42:59-63.
- Man, H.C., Chiu, K.Y., Cheng, F.T. dan K.H. Wong, (2009), Adhesion Study of Pulsed Laser Deposited Hydroxyapatite Coating on Laser Surface Nitrided Titanium, *Thin Solid Films*, 517: 5496-5501.
- Mohseni, E., Zalnezhad, E., dan A.R. Bushroa, (2014), Comparative Investigation on The Adhesion of Hydroxyapatite Coating on Ti-6Al-4V Implant: A Review Paper, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 48: 238-257.
- Rad, A.T., Hashjin, M.S., Osman, N.A.A., dan S. Faghihi, (2014), Improved Bio-physical Performance of Hydroxyapatite Coatings Obtained by Electrophoretic Deposition at Dynamic Voltage, *Ceramics International*, 40(8): 12681-12691.
- Singh, R., Singh, P.K., dan S.K. Tomar, (2015), Synthesis, Characterization and Dye-sensitized Solar Cell Fabrication Using Solid Biopolymer Electrolyte Membranes, *High Performance Polymer*, 1-8.
- Sridhar, T.M., Mudali, U.K., dan M. Subbaiyan, (2003), Sintering Atmosphere and Effects on Hydroxyapatite Coated Type 316L Stainless Steel, *Corrosion Science*, 45: 2337-2359.
- Tian, T., Jiang, D., Zhang, J., dan Q. Lin, (2007), Aqueous Tape Casting Process for Hydroxyapatite, *Journal of the European Ceramic Society*, 27: 2671-2677.
- Wang, S. dan Y. Zheng, (2014), Effect of Different Thickness h-BN Coatings on Interface Shear Strength of Quartz Fiber Reinforced Si-O-C-N Composite, *Applied Surface Science*, 292: 876-879.