

Pengaruh Penambahan Hidroksiapatit dan Waktu Pencelupan Terhadap Pelapisan Logam *Stainless Steel* 316L Dengan Metode *Dip Coating*

Nisa Mulya¹⁾, Ahmad Fadli²⁾, Amun Amri²⁾

¹⁾Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia
Laboratorium Material dan Korosi, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya JL. HR. Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293
Email: nisamulya93@yahoo.com

ABSTRACT

Stainless Steel 316L is metal that can be used as a bone plate, but it has low biocompatibility. To improve the biocompatibility Stainless Steel 316L coating hydroxyapatite is used. The purpose of this research was to study the effect of hydroxyapatite addition and dipping time on characterization of Stainless Steel 316L coated with HAp using Dip Coating Method. Metal with a size of 2x1x0,1 cm was dipped into a suspension containing HAp, sago starch and water that mixed with a rate of 150 rpm for 20 hours. The coating was done by varying the addition HAp 8, 10, 12 gr and dipping time of 2, 6, 10 seconds. The dipped Stainless Steel 316L was dried in oven at temperature 110 °C for 10 minutes. Coating HAp were sintered at temperature 800 °C for 1 hour. The research showed with increased HAp addition and dipping time the thickness of the coating HAp increased. With maximum shear strength obtained in this research is 0,24433 MPa.

Keywords : *Coating, Dip Coating, Hydroxyapatite and Stainless Steel 316L*

1. Pendahuluan

Berbagai jenis kecelakaan mengalami peningkatan tiap tahunnya baik itu kecelakaan ringan ataupun kecelakaan berat yang menyebabkan terjadinya kerusakan pada tulang. Selain itu kecelakaan kerja, osteoporosis dan bencana alam juga dapat menjadi penyebab terjadinya kerusakan pada tulang yang mengakibatkan bertambahnya pasien yang memerlukan implan tulang. Oleh sebab itu diperlukan suatu penanganan untuk mengatasi permasalahan ini. Dimana penanganan yang ada saat sekarang yaitu menggunakan logam – logam yang berat untuk menggantikan tulang yang rusak dalam tubuh.

Namun, penanganan ini masih menimbulkan masalah, yaitu logam yang disimpan di dalam tubuh memiliki tingkat biokompatibilitas yang masih rendah sehingga menimbulkan rasa sakit dan memar pada daging di sekitar logam tersebut.

Dengan kondisi ini, maka dibutuhkan suatu material yang dapat melapisi logam yang akan diimplankan dalam tubuh

sehingga logam memiliki biokompatibilitas yang tinggi dengan tubuh.

Pendekatan yang dilakukan adalah penggunaan bahan yang telah ada dalam tubuh itu sendiri, yaitu senyawa penyusun jaringan tulang seperti senyawa apatit. Saat ini telah ada tulang buatan yang mirip secara substansi dengan senyawa penyusun tulang asli, yaitu hidroksiapatit.

Hidroksiapatit (HAp) yang memiliki rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan bentuk mineral dari kalsium apatit. HAp merupakan material keramik bioaktif, bersifat biokompatibilitas dan merupakan unsur utama dari tulang dan gigi. HAp diaplikasikan pada implantasi tulang yang keropos dan untuk melapisi logam yang akan diimplantasikan [Javidi, 2008].

Meskipun implan hidroksiapatit (HAp) bersifat biokompatibilitas dan bioaktif, namun ternyata memiliki kekurangan pada kekuatan tarik dan ketangguhannya. Hal ini mengakibatkan komplikasi pada jangka panjang seperti terjadinya rasa sakit, peradangan dan melonggarnya implan.

Salah satu inovasi yang bisa dilakukan yaitu menerapkan hidroksiapatit sebagai lapisan permukaan pada implan logam atau yang disebut dengan *coating* hidroksiapatit. Dalam rangka meningkatkan fiksasi tulang untuk implan dan dengan demikian maka masa implan logam jadi meningkat.

Berbagai jenis metode yang dapat digunakan untuk proses *coating* HAp pada permukaan logam yaitu *Dip Coating*, *Electrophoretic Deposition (EPD)*, *Sol Gel Coating*, dan *Plasma Spraying*. Dari berbagai metode tersebut *Dip Coating* adalah metode yang paling mudah untuk dilakukan karena proses pelapisannya cepat, biayanya murah dan hasil *coating* yang didapat lebih seragam [Chetty dkk, 2012].

Logam yang paling banyak digunakan untuk dilapisi dengan HAp adalah *Stainless Steel (SS)*, paduan Cr-Co dan paduan Ti [Mohseni dkk, 2014]. Logam yang digunakan pada penelitian ini yaitu *Stainless Steel 316L* karena mempunyai sifat non toksik, kuat, tahan korosi, dan kadar impuritis rendah [Sulistioso dkk, 2009].

Dalam proses pelapisan logam salah satu komponen yang penting yaitu penggunaan binder. Binder berfungsi sebagai pengikat antar komponen *coating* dan bertanggung jawab terhadap gaya adhesi *coating* terhadap substrat. Salah satu bahan yang dapat dijadikan sebagai binder adalah pati yang berasal dari sagu.

Sagu adalah tanaman yang mudah tumbuh di Indonesia. Diantaranya banyak terdapat di Provinsi Riau. Sagu dapat dijadikan salah satu alternatif binder yang murah untuk proses pelapisan hidroksiapatit pada logam [Masri dkk, 2013].

Sagu dapat digunakan sebagai binder karena kandungan amilopektinnya. Apabila amilopektin dikontakkan dengan air maka akan bersifat transparan, berserat, dan lengket. Oleh sebab itu amilopektin sering dimanfaatkan sebagai *thickener* dan *binding agent* [Belitz dkk, 2009].

2. Metode penelitian

Prosedur penelitian dibagi menjadi 4 tahap. Tahap 1: Persiapan suspensi. Tahap 2: Persiapan substrat. Tahap 3: Proses pelapisan dan tahap 4: Karakterisasi hasil *Coating* Hidroksiapatit.

Tahap 1: Persiapan suspensi

Suspensi HAp dibuat dengan variasi penambahan HAp 8 gr, 10 gr dan 12 gr yang dicampurkan dengan pati sagu sebanyak 1 gr dan aquadest sebanyak 20 gr didalam gelas kimia. Kemudian diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 20 jam.

Tahap 2: Persiapan substrat

Substrat berupa logam *Stainless Steel 316L* dipotong dengan ukuran 2x3x0,1 mm kemudian diampelas dan di sterilkan menggunakan acetone selama 15 menit. Selanjutnya dioven pada temperatur 80 °C.

Tahap 3: Proses pelapisan

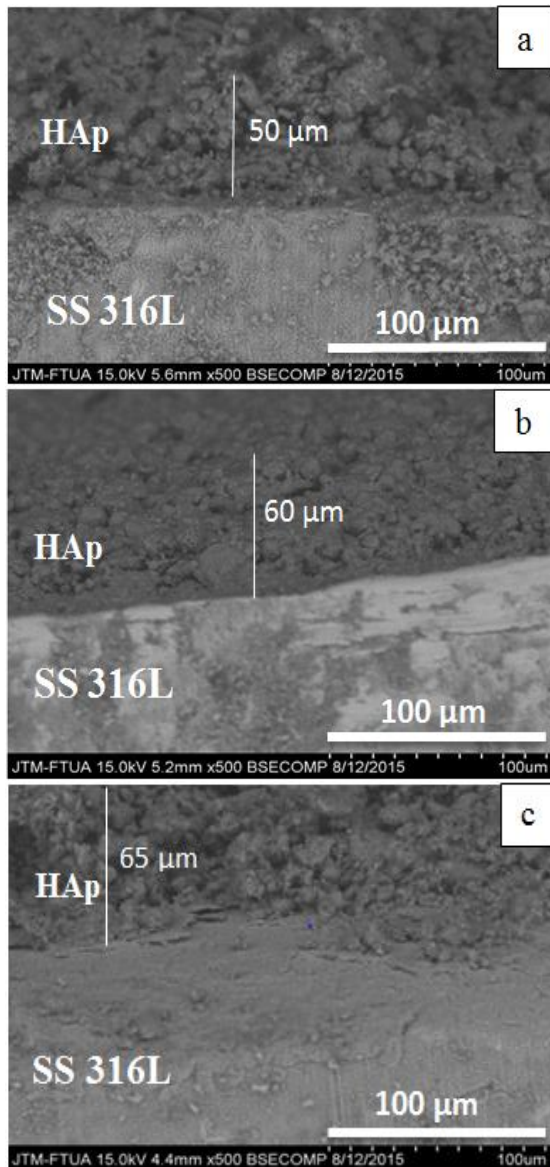
Logam *Stainless Steel 316L* yang telah dipotong kemudian dipasangkan ke alat *dip coating*. Kemudian logam dicelupkan kedalam suspensi dengan variasi waktu pencelupan 2, 6, 10 detik. Pada saat ditarik maka lapisan akan menempel dengan sendirinya pada permukaan *Stainless Steel 316L*. Logam yang telah dilapisi kemudian dioven pada temperatur 110 °C selama 10 menit. Selanjutnya disintering pada temperatur 800 °C.

Tahap 4: Karakterisasi

Logam *Stainless Steel 316L* yang telah dilapisi dengan HAp kemudian dikarakterisasi menggunakan analisa SEM, XRD dan *Shear Strength*. Analisa SEM bertujuan untuk mengetahui ketebalan dan morfologi dari sampel. Analisa XRD bertujuan untuk melihat senyawa kimia yang terdapat dalam sampel beserta komposisinya.. Sedangkan Analisa *Shear Strength* bertujuan untuk mengetahui besarnya perlekatan lapisan HAp terhadap logam *Stainless Steel 316L*.

3. Hasil dan pembahasan

Hasil analisa SEM untuk tampak lintang dari *Stainless Steel* 316L yang telah dilapisi dengan HAp ditunjukkan pada Gambar 1



Gambar 1. Tampak Lintang SS 316L yang Telah Dilapisi dengan HAp

Gambar 1 menunjukkan tampak lintang dari SS 316L yang telah dilapisi dengan HAp. Gambar 1 (a) merupakan tampak lintang SS yang telah dilapisi HAp pada penambahan HAp 12 gr dan waktu pencelupan 6 detik. Gambar 1 (b) adalah tampak lintang SS yang telah dilapisi HAp pada penambahan HAp 10 gr dan waktu pencelupan 10 detik. Dan Gambar 1 (c)

adalah tampak lintang SS yang telah dilapisi HAp pada penambahan HAp 12 gr dan waktu pencelupan 10 detik.

Pada Gambar 1 (a) diperoleh ketebalan lapisan HAp 50 μm. Sedangkan pada Gambar (b) diperoleh ketebalan lapisan 60 μm dan 65 μm pada Gambar 1 (c).

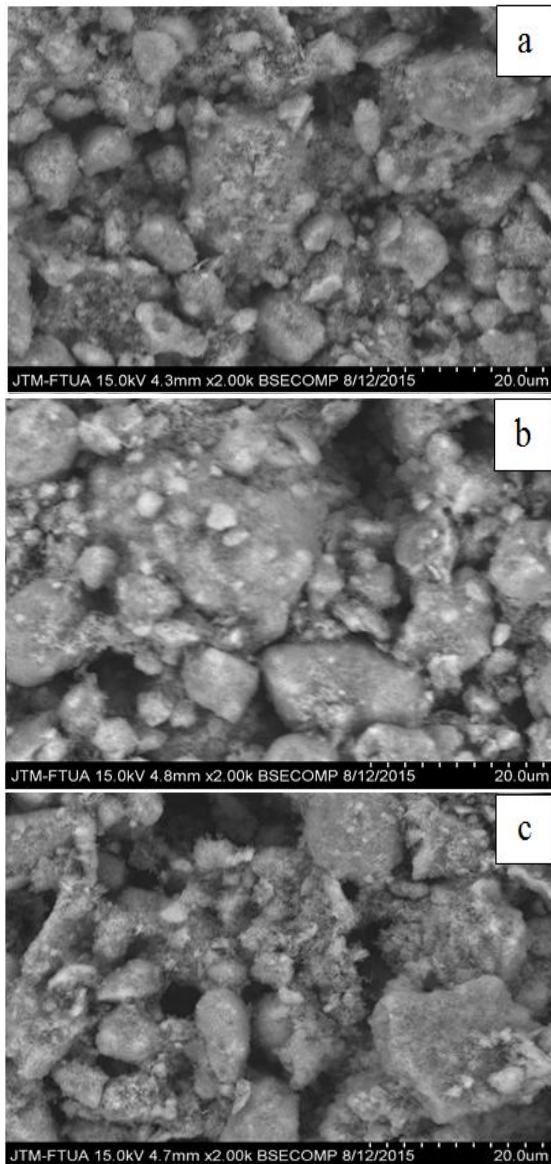
Dapat dilihat bahwa semakin banyak HAp yang ditambahkan maka ketebalannya akan semakin meningkat. Yang ditunjukkan pada Gambar 1 (b) dan 1 (c). Hal ini disebabkan karena pada saat HAp yang digunakan semakin banyak maka massa HAp yang terdeposisi pada permukaan substrat akan semakin bertambah sehingga ketebalannya akan semakin meningkat [Yusoff dkk, 2014].

Begitu juga dengan waktu pencelupan. Semakin lama waktu pencelupan maka ketebalan dari lapisan HAp akan semakin meningkat yang ditunjukkan pada Gambar 1 (a) dan Gambar 1 (c). Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu pencelupan maka kontak yang terjadi antara SS 316L dengan suspensi akan semakin lama menyebabkan semakin banyak HAp yang menempel sehingga ketebalannya akan semakin meningkat [Nandi dkk, 2009].

Ketebalan yang didapatkan tersebut telah sesuai dengan parameter ketebalan yang dibutuhkan untuk *coating* HAp yaitu sebesar 50 – 200 μm [Heimann, 2002 ; Bose dkk, 2015].

Pada Gambar 1 juga dapat dilihat bahwa permukaan *Stainless Steel* 316L yang tetap rata padahal telah dilakukan proses pengamplasan. Hal ini disebabkan karena kekasaran permukaan *Stainless Steel* 316L yang kurang hingga menyebabkan permukaannya tetap rata. Jadi akan susah HAp untuk melekat ke permukaan logam. Sehingga menyebabkan perlekatan antara *Stainless Steel* 316L dan lapisan HAp yang menempel akan menjadi kurang kuat.

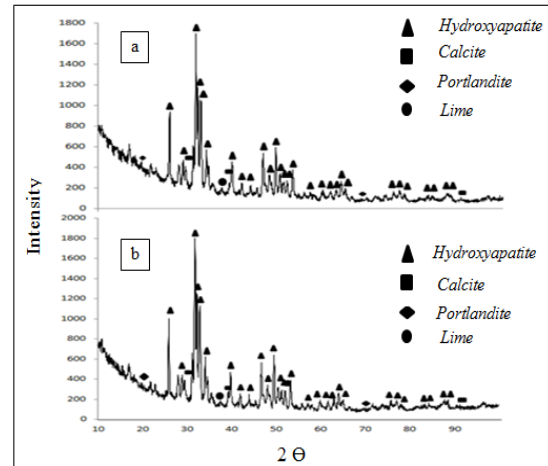
Morfologi dari permukaan SS 316L yang telah dilapisi HAp akan ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Morfologi permukaan SS 316L yang telah Dilapisi dengan HAp

Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa lapisan tersebar merata di seluruh permukaan substrat tanpa adanya craking. Hal ini ditandai dengan tertutupnya seluruh permukaan logam SS 316L oleh HAp. Selain itu dapat dilihat bahwa semakin banyak HAp yang digunakan maka ukuran partikelnya akan semakin kecil. Hal ini disebabkan karena pada saat HAp yang digunakan semakin banyak namun airnya tetap maka suspensi akan semakin viscous sehingga menyebabkan distribusi antara satu partikel dengan yang lainnya akan semakin sulit sehingga ukuran partikelnya akan semakin mengecil [Asmawi, 2009].

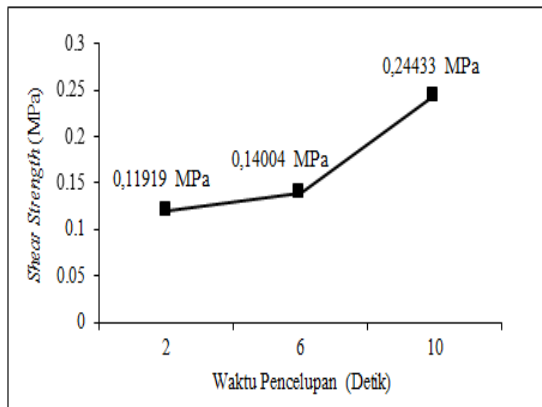
Namun antara satu partikel dengan yang lainnya tidak menyatu hal ini akan menyebabkan perlekatan lapisan terhadap substrat menjadi tidak kuat.



Gambar 3. Difraktogram Hasil Lapisan HAp Pada Permukaan SS 316L

Gambar 3 menunjukkan hasil analisa XRD untuk variasi waktu pencelupan 6 detik dan 10 detik dengan penambahan HAp 12 gr. Dapat dilihat bahwa mayoritas produk yang terbentuk adalah HAp. Dengan intensitas yang semakin tinggi pada saat HAp yang digunakan semakin banyak. Intensitas puncak yang berbeda pada HAp menunjukkan hasil HAp yang berbeda, waktu pencelupan yang lebih tinggi akan menghasilkan HAp yang lebih banyak, yang ditunjukkan dengan intensitas puncak yang lebih tinggi. Untuk sampel a puncak yang didapat yaitu pada sudut 2θ $25,8768^\circ$; $32,1715^\circ$; $32,8414^\circ$; $34,0900^\circ$. Sedangkan untuk sampel b yaitu pada sudut 2θ $25,9302^\circ$; $32,2075^\circ$; $32,9247^\circ$; $34,0817^\circ$. Dimana puncak tersebut memiliki nilai hkl yang mirip dengan pola karakterisasi hasil analisa XRD hidroksiapatit komersil dari data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dengan Card No. 09-432.

Analisa *Shear Strength* juga digunakan pada penelitian ini untuk melihat besarnya perlekatan lapisan terhadap substrat.



Gambar 4. Nilai *Shear Strength* Pada Variasi Waktu pencelupan

Pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa dengan waktu pencelupan 2 detik didapat *Shear Strength* sebesar 0,11919 MPa, dengan waktu pencelupan 6 detik didapat *Shear Strength* sebesar 0,14004 MPa dan 0,24433 MPa untuk waktu pencelupan 10 detik dengan menggunakan penambahan HAp yang sama yaitu 12 gram.

Semakin tinggi waktu pencelupan maka *Shear Strength* yang didapat semakin tinggi pada penambahan HAp yang sama yaitu 12 gram. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi waktu pencelupan yang digunakan maka perlekatan antara lapisan HAp pada permukaan substrat *Stainless Steel 316L* akan semakin kuat, yang dibuktikan dengan dengan hasil analisa *Shear Strength* yang semakin meningkat. Hal ini disebabkan karena pada waktu pencelupan yang lebih besar maka lapisan HAp yang terdeposisi pada permukaan substrat akan semakin tebal sehingga akan semakin kuat perlekatannya terhadap substrat jika dibandingkan dengan lapisan yang tipis pada saat waktu pencelupan lebih sedikit. Hal yang sama juga diungkapkan oleh Mohseni (2014), dimana ketebalan sebanding dengan *bonding strength*. Semakin besar ketebalan suatu lapisan maka *bonding strength* yang diperoleh juga semakin meningkat.

Namun nilai *Shear Strength* untuk ketiga sampel tersebut belum memenuhi syarat untuk diimplankan ketulang. Karena syarat *Shear Strength* atau *Bonding*

Strength yang bisa digunakan untuk implan tulang adalah >22 MPa [Bose dkk, 2015]. Hasil *Shear Strength* yang rendah tersebut disebabkan karena kurangnya kekasaran dari permukaan logam yang digunakan pada proses *coating* HAp yang dapat dilihat pada Gambar 1. Hal ini karena pengaruh dari kertas amplas yang digunakan yaitu berasal dari amplas bahan bangunan yang kekasarannya rendah. Sedangkan pada penelitian lainnya seperti yang dilakukan oleh Mavis (2000) dan Aksakal (2008) untuk proses pengamplasan digunakan *Silica Carbide Grit Paper* sehingga menghasilkan permukaan substrat yang lebih kasar dan berlobang. Hal ini akan memudahkan lapisan HAp untuk masuk dan melekat pada permukaan substrat. Dibuktikan dengan hasil *Bonding Strength* yang didapat yaitu 20 – 25 MPa untuk penelitian Aksakal dan >30 MPa untuk penelitian yang dilakukan Mavis.

Selain kekasaran permukaan, nilai *Shear Strength* yang didapat sangat rendah juga bisa disebabkan oleh kurangnya temperatur sintering yang digunakan pada penelitian ini. Semakin tinggi temperatur sintering maka perlekatan antara lapisan dan substrat akan semakin kuat [Aminatun dkk, 2015]. Hal ini disebabkan karena pada saat sintering ikatan antara partikel HAp menjadi semakin kuat, sehingga perlekatan lapisan terhadap substratnya juga akan semakin kuat yang ditandai dengan nilai *Shear Strength* yang semakin meningkat. Hal ini juga telah dibuktikan pada penelitian yang dilakukan oleh Mavis (2000) dengan menggunakan temperatur sintering yang lebih tinggi yaitu sebesar 840 °C didapat *bonding strength* >30 MPa.

4. Kesimpulan

Penambahan HAp dan waktu pencelupan berpengaruh terhadap ketebalan lapisan HAp yang terdeposisi pada permukaan logam SS 316L dan nilai *Shear Strength*. Semakin banyak HAp dan waktu pencelupan yang digunakan maka

ketebalan lapisan dan nilai *Shear Strength* yang didapat akan semakin meningkat.

Untuk penambahan HAp 10 gr dan waktu pencelupan 10 detik serta penambahan HAp 12 gram dengan waktu pencelupan 6 dan 10 detik, ketebalan lapisan yang di dapat telah sesuai dengan parameter ketebalan yang dibutuhkan untuk implant tulang yaitu 50 – 200 μm .

Sedangkan untuk nilai *Shear Strength* yang didapat belum memenuhi persyaratan untuk parameter *Shear Strength* yang dibutuhkan yaitu > 22 MPa. Karena pada penelitian ini nilai *Shear Strength* maksimum yang didapat yaitu 0.24433 kPa.

Daftar pustaka

- Aksakal, B., dan Hanyaloglu, C, 2008, *Bioceramic Dip Coating on Ti-6Al-4V and 316L SS Implant Materials*, Journal of Material and Science : Material Medical, 19, 2097 -2104.
- 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, 1(7), 11-18.
- Asmawi, R.B., 2009, *Development Of Bioactive Ceramic Coating For Biomedical Application Using Dip And Spin Coating Methods*, Disertasi, Kuliyah Of Engineering International Islamic University, Malaysia.
- Belitz, H.D., Grosch, W., dan P. Schieberle, 2009, *Food Chemistry*, 4th Revised and Extended 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.
- Chetty, A.S., Wepener, I., Marei, M.K., Kamary, Y.E., dan R.M. Moussa, 2012, *Synthesis, Properties, and Applications of Hydroxyapatite*, Hydroxyapatite: Synthesis, Properties and Applications, Nova Science Publisher, New York.
- Heimann, R.B., 2002, *Materials Science of Crystalline Bioceramics: A Review of Basic Properties and Applications*, Chiang Mai University Journal, 1(1), 23-46.
- Javidi, M., 2008, *Electrophoretic deposition of natural hydroxyapatite on medical grade 316L stainless steel*, Materials Science Engineer, 28 (8), 1509-1515.
- Masri, M.N., Nazeri, M.F.M., Chai, N.G., dan A.A. Mohamad, 2013, *Tapioca binder for porous zinc anodes electrode in zinc-air batteries*, School of Materials and Mineral Resources Engineering, University Sains Malaysia, 14300 Nibong Tebal, Penang, Malaysia.
- Mavis, B., dan Tas, C.A, 2000, *Dip Coating of Calcium Hydroxyapatite on Ti-6Al-4V Substrates*, Journal of American Ceramic Society, 83(4), 89-91.
- 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.
- Nandi, B.K., Uppaluri, R., dan Purkait, M.K, 2009, *Effect of Dip Coating Parameters on The Morphology and Transport Properties of Cellulose Acetate-Ceramic Membranes*, Journal of Membrane Science, 246-258
- Sulistioso, G.S., Nurbainah, S.T. Wahyudi., dan A. Sitompul, 2009, *Pelapisan SS 316L dengan*

hidroksiapatit menggunakan teknik electrophoretic deposition, Jurnal Sains Materi Indonesia, 50-55.

Yusoff, M.F.M., Kadir, M. R. A., Nida Iqbal, N., Hassan, M.A., dan R. Hussain, 2014, *Dipcoating Of Poly (E-Caprolactone)/Hydroxyapatite Composite Coating On Ti6Al4V For Enhanced Corrosion Protection*, Journal of Surface And Coating Technology , 245, 102–107.