

PEMBENTUKAN PERMUKAAN POROUS LAPISAN TIPIS *Ti-Cu-N* PADA PERMUKAAN STAINLESS STEEL 316L MENGGUNAKAN METODE ANODISASI

Ihwanul Aziz^{1,2*}, Hanif Mahmudah¹ dan Yusril Yusuf¹

¹Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UGM
Sekip Utara Bulaksumur Yogyakarta 55281, Indonesia

²Pusat Riset Teknologi Akselerator Organisasi Riset Tenaga Nuklir BRIN

*E-mail: ihwanulaziz@mail.ugm.ac.id

Abstrak

Stainless steel 316L (SS 316) banyak digunakan untuk aplikasi biomedis dan aplikasi alat kesehatan, termasuk implant tulang. Kurangnya biokompatibilitas terhadap organ tubuh membatasi penggunaan stainless steel sebagai implant tulang. Pada penelitian ini dilakukan modifikasi permukaan SS 316L terlapis tembaga Titanium Nitride (Ti-Cu-N) menggunakan teknik anodisasi. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan permukaan porous logam SS 316L. Permukaan porous tersebut akan di gunakan sebagai matriks untuk pelapisan Hydroxyapatite pada penelitian selanjutnya. Anodisasi dilakukan dengan tegangan 300 V dan rapat arus 400 mA/cm pada larutan NaOH. Morfologi permukaan dan komposisi unsur dikarakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscope dan Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS). Sifat mekanik diuji menggunakan Microhardness Tester Vickers MMT-X7. Morfologi permukaan menunjukkan bahwa permukaan sampel S2 terbentuk porous paling baik dibandingkan sampel lainnya. Hasil EDS sampel S2 menunjukkan adanya unsur Oksigen sebesar 10,5 wt%. Keberadaan oksigen mengindikasikan proses anodisasi terjadi pada permukaan sampel. Uji keras Vickers menunjukkan kekerasan tertinggi terjadi pada sampel S2 dengan nilai 298,93 VHN meningkat 41,1 % dari sampel raw. Secara keseluruhan, penelitian ini menunjukkan pentingnya optimalisasi pada perlakuan anodisasi permukaan untuk SS 316L dalam hal pembentukan porous dan peningkatan kekerasan.

Kata Kunci: Anodisasi, Stainless Steel, Porous

1. PENDAHULUAN

Biomaterial adalah bahan sintesis maupun alami berupa logam, polimer keramik atau kombinasi dari bahan tersebut untuk memulihkan atau mengganti bagian tubuh sehingga meningkatkan kesehatan manusia. Biomaterial harus biokompatibel, biodegradable atau bioabsorbable tergantung pada aplikasinya (Morsiya, 2020). Bahan biomaterial berbasis logam paling banyak digunakan adalah stainless steel 316L (SS 316L), paduan Titanium, dan paduan Co-Cr (Zhang dkk., 2021). Stainless steel merupakan salah satu material yang banyak digunakan di lingkungan perawatan kesehatan. SS 316L banyak digunakan untuk furnitur rumah sakit seperti tempat tidur dan kursi rumah sakit, troli dan peralatan bedah serta perangkat biomedis, termasuk implan ortopedi, alat fiksasi tulang belakang, dan sekrup tulang (Rezaei dkk., 2014; Zhang dkk., 2015). Stainless Steel 316L untuk material implantasi medis karena biokompatibilitasnya sangat baik (Lai dkk., 2015). Namun, kurangnya bioaktifitas memperlambat osteogenesis dan afinitas antara tulang dengan permukaan material implan.

Banyak penelitian dilakukan untuk meningkatkan osseointegration melalui modifikasi sifat fisik maupun sifat kimia pada permukaan material implan. Salah satu metode untuk meningkatkan kualitas permukaan material yang dikembangkan saat ini adalah pelapisan permukaan material (J. H. Hsieh dkk., 2015). Sifat lapisan harus biokompatibel dengan tulang dan cairan tubuh. Material bioaktif yang sangat baik untuk merangsang osseogenesis adalah hidroksiapatit (HA) karena mempunyai kemiripan secara kimia dan kristalografi dengan tulang manusia (Kang dkk., 2014). Pada kegiatan sebelumnya telah dilakukan penelitian terkait proses pelapisan Ti-Cu-N pada permukaan SS 316L menggunakan metode Sputtering DC untuk meningkatkan sifat mekanik dan antibakteri. Hasilnya diperoleh sampel SS 316L dengan lapisan Ti-Cu-N dengan variasi konsentrasi Cu, kegiatan tersebut tidak dibahas pada makalah ini. Pada penelitian ini dilakukan pembentukan permukaan porous pada SS 316L terlapis Ti-Cu-N dengan berbagai konsentrasi Cu. Pembentukan lapisan porous ini untuk preparasi permukaan sampel yang

selanjutnya akan dilakukan pelapisan HA. Dengan pembentukan lapisan porous ini diharapkan akan diperoleh lapisan HA lebih kuat daya lekatnya. Berdasarkan tinjauan referensi penelitian pembentukan lapisan porous SS 316L terlapisi Ti-Cu-N belum pernah dilakukan. Metode modifikasi permukaan untuk membentuk porous SS 316L terlapisi Ti-Cu-N ini dilakukan menggunakan teknik anodisasi. Teknik ini dipilih karena sistemnya sederhana jika dibandingkan dengan metode tumbukan ion (Rodriguez-Nieva dkk., 2011; Herath dkk., 2022).

Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan pendekatan elektrokimia anodisasi baja tahan karat 316 L untuk membuat permukaan porous dan menyelidiki kerentanan mekanika dari SS 316L anodisasi yang digambarkan menggunakan karakterisasi *micro hardness vickers*. Secara keseluruhan, penelitian ini memberikan wawasan baru dalam pembuatan permukaan porous pada SS 316L dengan anodisasi, dengan penekanan pada morfologi permukaan, kerentanan mekanik dan mekanisme pembentukan permukaan porous. Pengetahuan komprehensif tentang anodisasi stainless steel akan membuka jalan untuk meningkatkan teknologi ini pada aplikasi biomedis khususnya implant tulang.

2. METODOLOGI

2.1 Preparasi Sampel

Bahan SS316L plat buatan Goodfellow FF210376 ukuran 10 x 10 mm dengan ketebalan 0,9 mm digunakan sebagai substrat. Preparasi sampel ini telah dilakukan pada kegiatan sebelumnya yaitu pembentukan lapisan tipis Ti-Cu-N pada SS 316L untuk meningkatkan sifat antibakteri dan mekanik menggunakan Sputtering DC. Sebelum di anodisasi sampel SS 316L dilapisi Ti-Cu-N dengan variasi diameter Cu 5 mm dan 7,5 mm menggunakan sputtering DC selama 2 jam. Diperoleh sampel Raw, S0, S1 dan S2 dengan kode dan parameter proses seperti ditunjukkan pada Tabel 1. Sebagai pembandingan dilakukan anodisasi pada sampel S1 tanpa doping Cu dan selanjutnya dibandingkan juga dengan sampel tanpa anodisasi (sampel raw).

Tabel 1. Kode sampel dan parameter proses

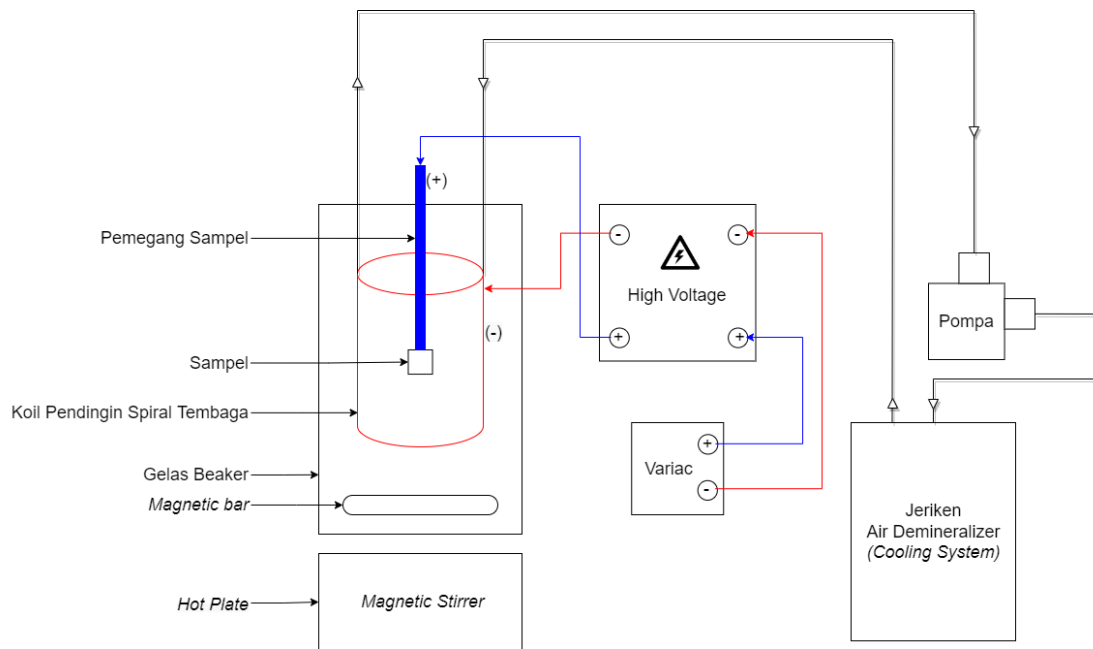
No	Kode	Parameter Proses
1	Raw	SS 316L dilapisi Ti tanpa anodisasi
2	S0	SS 316L dilapisi TiN diproses anodisasi. Tanpa Cu
3	S1	SS 316L dilapisi TiCuN diproses anodisasi. ØCu 5 mm
4	S2	SS 316L dilapisi TiCuN diproses anodisasi. ØCu 7,5 mm

2.2 Anodisasi

Anodisasi dilakukan dalam sistem seperti ditunjukkan pada Gambar 1 pada suhu kamar (25 C), menggunakan Tembaga (Cu) sebagai katoda dan sampel SS316L sebagai anoda. Larutan dibuat menggunakan air demineralizer 2 Liter di campur dengan NaOH hingga terbentuk larutan NaOH 15 g/L. Na OH ini bertujuan untuk membuat larutan basa sehingga konduktivitas larutannya tinggi. Tegangan anodisasi 300 V (Wei dkk., 2008), rapat arus 400 mA/cm dan waktu anodisasi selama 3 menit.

2.3 Karakterisasi

Scanning electron microscope (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dan tampak lintang ketebalan lapisan. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) digunakan untuk menganalisis komposisi unsur permukaan sampel. SEM-EDS dilakukan menggunakan alat Hitachi SEM S-2300 Scanning electron microscope. *Microhardness tester vickers* digunakan untuk mengetahui kekerasan permukaan sampel. Uji *Vickers* dilakukan menggunakan *microhardness tester* Matsuzawa MMT-XT.



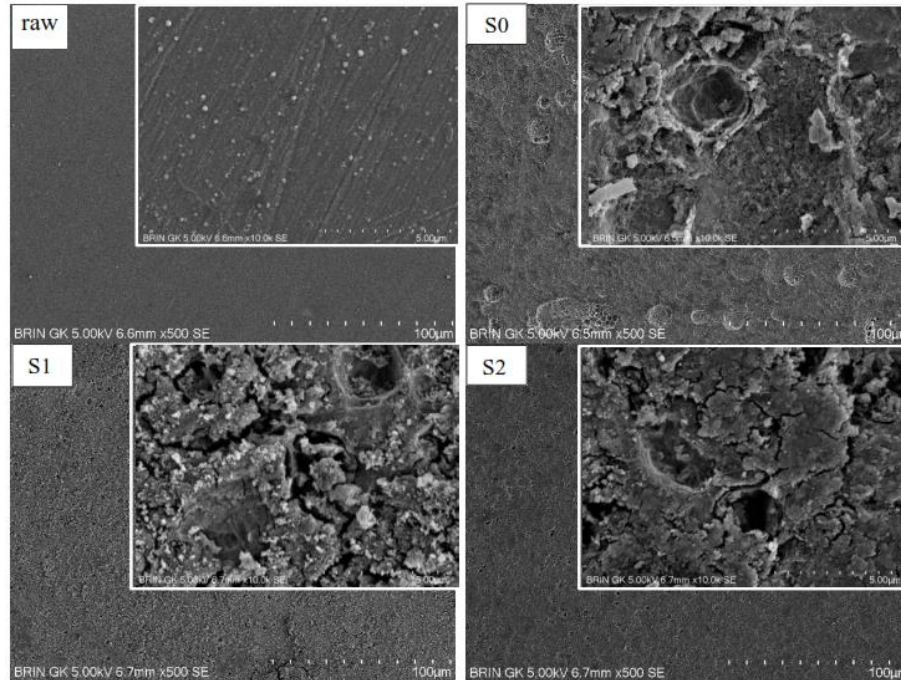
Gambar 1. Skema peralatan anodisasi untuk pembentukan porous pada permukaan SS 316L.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

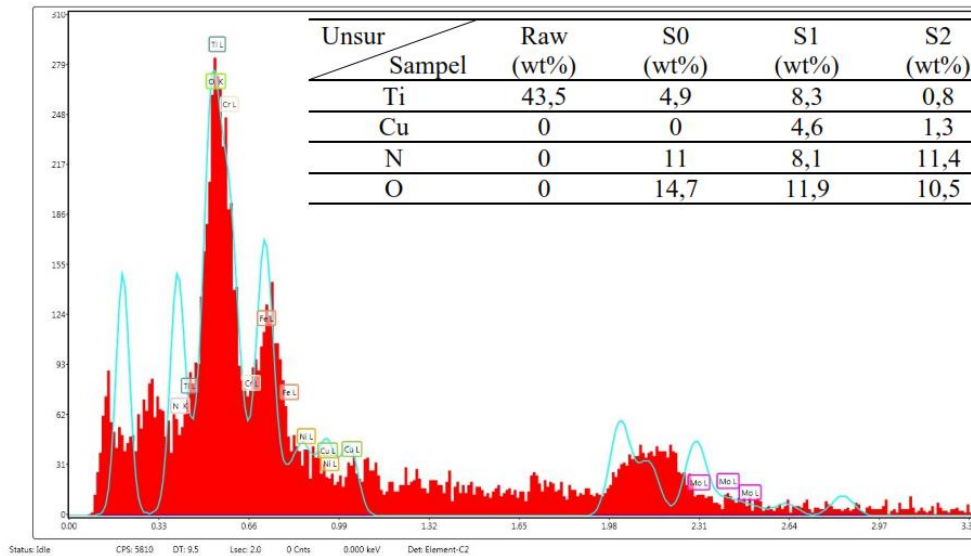
3.1 Karakterisasi morfologi permukaan dan komposisi unsur

SEM-EDS digunakan untuk memeriksa morfologi, penampang dan distribusi unsur sampel raw dan permukaan anodisasi. Gambar 2 menunjukkan morfologi permukaan hasil analisis SEM pada permukaan sampel raw dan S0-S2. SEM dioperasikan pada tegangan 5 kV menggunakan detektor elektron sekunder. Pengamatan morfologi permukaan dengan perbesaran 500x dan 10.000x untuk membandingkan tampilan permukaan menyeluruh dan melihat lubang porousnya. Sampel raw perbesaran 500x tidak terlihat adanya butiran dipermukaan sampel, namun terlihat ukuran partikel pada perbesaran 10.000x untuk sampel raw. Pada sampel S0-S2 terdapat perbedaan morfologi secara signifikan dari sampel raw, untuk perbesaran 500x pada ketiga sampel (S0-S2) terlihat permukaan sampel memiliki tekstur berlubang hal ini terjadi karena proses anodisasi. Ketika dilakukan perbesaran 10.000x pada sampel S0-S2 terlihat permukaan sampel berporous (Prado dkk., 2021). Homogenitas lubang porous pada sampel S2 tampak paling baik dibandingkan sampel S0 dan S1.

Gambar 3 menunjukkan spektrum EDS pada S1 dan informasi data komposisi sampel. Pada sampel raw hanya mengandung unsur Ti (43,5 wt%) namun pada sampel S0-S2 terdapat kandungan oksigen yang mengindikasikan proses anodisasi terjadi pada permukaan sampel. Sampel S0 memiliki kandungan unsur Ti (4,9 wt%), N (11 wt%), dan O (14,7 wt%). Sampel S1 memiliki kandungan unsur dengan komposisi yang berbeda yaitu Ti (8,3 wt%), Cu (4,6 wt%), N (8,1 wt%), dan O (10,5 wt%) sedangkan untuk S2 komposisi unsur yang terkandung adalah Ti (0,8 wt%), Cu (1,3 wt%), N (11,4 wt%), dan O (11,9 wt%). Unsur Ti dominan pada sampel raw berasal dari lapisan tipis yang ditumbuhkan pada saat preprasi sampel menggunakan Sputtering DC. Komposisi oksigen pada sampel S0-S2 mengalami penurunan, hal ini disebabkan di ikuti oleh penurunan konsentrasi Cu pada sampel. Komposisi nitrogen dan Titanium fluktuatif dari sampel raw, S0-S2. Komposisi Ti terendah pada sampel S2 ini terjadi karena lubang porous terlihat paling banyak hingga lapisan tipis Ti pada permukaan sampel terlarut.



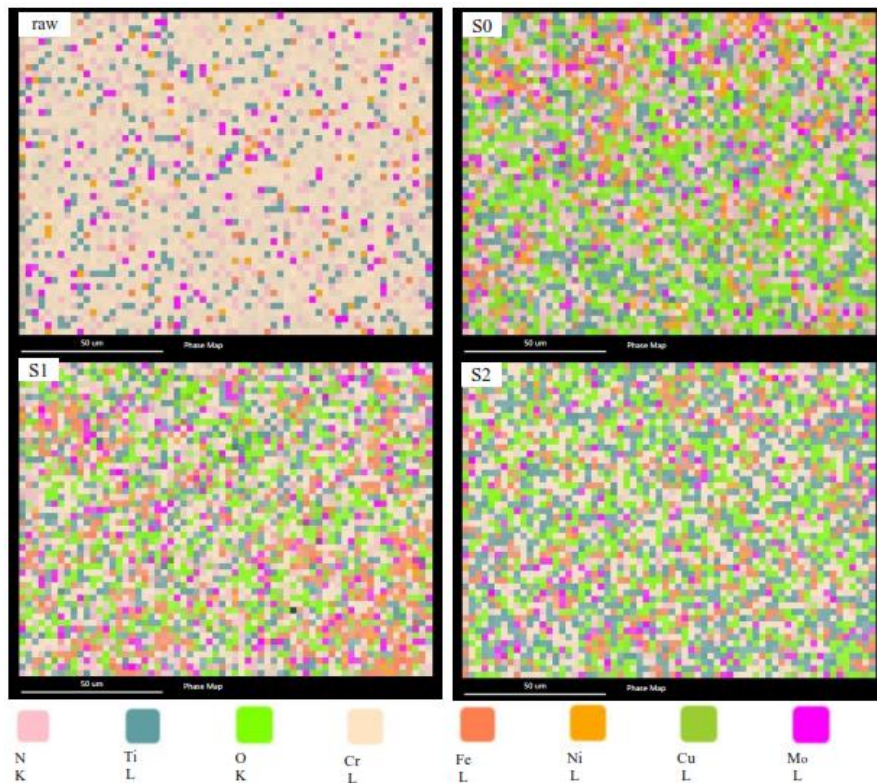
Gambar 2. Morfologi permukaan sampel Raw dan S0-S2



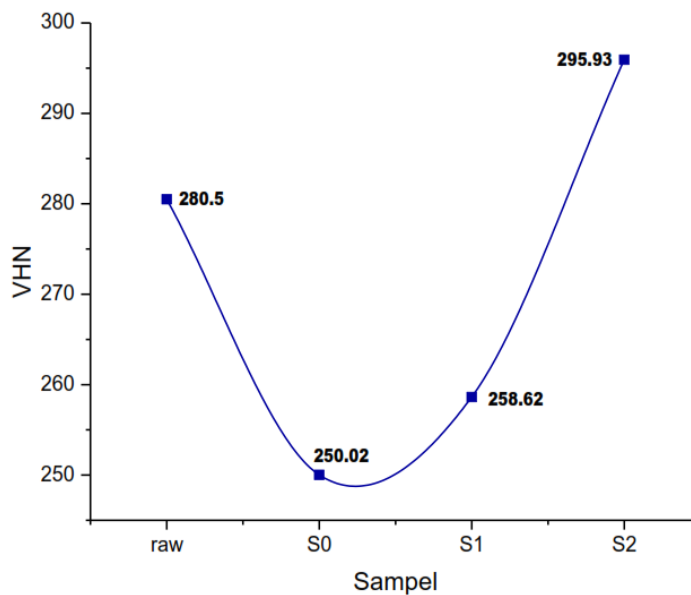
Gambar 3. Spektrum EDS sampel S1 dengan insert tabel data komposisi unsur sampel Raw dan S0-S2

Gambar 4 menunjukkan pemetaan unsur EDS sampel raw dan S0-S2. Berdasarkan Gambar 4 menunjukkan distribusi elemen yang merata dan ikatan antara elemen menyatu. Pada sampel raw distribusi unsur merata terlihat Fe, Cr, Ni, Mo, Ti dan N menyebar di seluruh permukaan sampel di dominasi oleh unsur nitrogen. Hal ini terjadi karena sampel raw tidak di anodisasi sehingga unsur nitrogen masih utuh. Pada sampel S0-S2 terlihat jumlah persebaran unsur nitrogen mulai berkurang digantikan oleh unsur oksigen. Berdasarkan mapping unsur proses anodisasi menurunkan komposisi

nitrogen pada permukaan SS 316L terlapis Ti-Cu-N. Berdasarkan hasil analisis SEM-EDS permukaan berporous paling homogen dengan kandungan oksigen yang cukup baik (11,9 wt%) adalah sampel S2.



Gambar 4. EDS mapping peserbaran unsur pada permukaan sampel Raw dan S0-S2



Gambar 5. Data uji kekerasan Vickers sampel Raw dan S0-S2

Gambar 5 menunjukkan hasil uji kekerasan permukaan sampel raw dan S0-S2. Tingkat kekerasan dari raw, S0, S1 dan S2 menurun kemudian naik kembali pada sampel S1. Berdasarkan Gambar 5 sampel

S2 mempunyai tingkat kekerasan paling tinggi yaitu 295,93 VHN. Hal ini terjadi karena pada sampel S2 memiliki permukaan paling homogen sesuai dengan hasil morfologi SEM. Sampel S0 mempunyai tingkat kekerasan paling rendah yaitu 250,02 VHN bahkan lebih rendah dari sampel raw. Merujuk data morfologi permukaan Gambar 2 terlihat permukaan sampel S0 tidak homogen ada bulatan besar dan tidak merata, hal ini menyebabkan kekerasan menjadi menurun.

4. KESIMPULAN

Penelitian ini mengembangkan teknik pembentukan permukaan porous pada SS 316L yang dilapisi Ti-Cu-N menggunakan anodisasi. Berdasarkan data EDS disimpulkan bahwa anodisasi telah berhasil membentuk permukaan porous pada sampel dengan hasil terbaik pada sampel S2. Proses anodisasi menurunkan konsentrasi unsur nitrogen pada lapisan Ti-Cu-N digantikan dengan unsur oksigen. Homogenitas permukaan porous mempengaruhi tingkat kekerasan sampel.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pekerjaan ini didukung oleh Pusat Riset Teknologi Akselerator BRIN. Penulis menyatakan terimakasih kepada lab radiasi BRIN Yogyakarta dan lab PRTTP BRIN telah mendukung fasilitas proses dan karakterisasi. Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada kolega yang telah membantu Mayrani Ainun Charisma, Nurhidayat Supriyanto dan Heryuli Aditesna.

DAFTAR PUSTAKA

- Herath, I. dkk., (2022), Anodization of medical grade stainless steel for improved corrosion resistance and nanostructure formation targeting biomedical applications, *Electrochimica Acta*. Elsevier Ltd, 416(January), p. 140274. doi: 10.1016/j.electacta.2022.140274.
- J. H. Hsieh. dkk., (2015), Antibacteria and anti-wear TaN-(Ag,Cu) nanocomposite thin films deposited on polyether ether ketone, *Thin Solid Film*, Volume 584, 2015, pp. 277-282, doi: <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2015.02.063>.
- Kang, B.-M. dkk., (2014), A Study on the Sintering Of HAp Sputtering Target Material for Biomedical Applications', *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 03(08), pp. 15068–15075. doi: 10.15680/IJIRSET.2014.0308003.
- Lai, H. C. dkk., (2015), Fabrication of hydroxyapatite targets in radio frequency sputtering for surface modification of titanium dental implants', *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 26(9), pp. 1050–1058. doi: 10.1177/1045389X14530593.
- Morsiya, C. (2020), A review on parameters affecting properties of biomaterial SS 316L.pdf. Taylor and Francis, *Australian Journal Of Mechanical Engineering*. doi: <https://doi.org/10.1080/14484846.2020.1752975>.
- Prado, L. H., Anastasiou, E. and Virtanen, S. (2021), Corrosion behavior of a slippery liquid infused porous surface on anodized stainless steel, *Materials Letters*. Elsevier B.V., 296, p. 129892. doi: 10.1016/j.matlet.2021.129892.
- Rezaei, B., Havakeshian, E. and Ensafi, A. A. (2014), Fabrication of a porous Pd film on nanoporous stainless steel using galvanic replacement as a novel electrocatalyst/electrode design for glycerol oxidation, *Electrochimica Acta*. Elsevier Ltd, 136, pp. 89–96. doi: 10.1016/j.electacta.2014.05.041.
- Rodriguez-Nieva, J. F. dkk., (2011), Sputtering from a porous material by penetrating ions, *Astrophysical Journal Letters*, 743(1). doi: 10.1088/2041-8205/743/1/L5.
- Wei, D., Zhou Y., Jia D., and Wang Y., (2008), Chemical treatment of TiO₂-based coatings formed by plasma electrolytic oxidation in electrolyte containing nano-HA, calcium salts and phosphates for biomedical applications, *Applied Surface Science*, 254(6), pp. 1775–1782. doi: 10.1016/j.apsusc.2007.07.144.
- Zhang, B. dkk., (2015), A two-step anodic method to fabricate self-organised nanopore arrays on stainless steel, *Applied Surface Science*. Elsevier B.V., 351, pp. 1161–1168. doi: 10.1016/j.apsusc.2015.06.083.

Zhang, E. dkk., (2021), Antibacterial metals and alloys for potential biomedical implants, *Bioactive Materials*. KeAi Communications Co., Ltd, 6(8), pp. 2569–2612. doi: 10.1016/j.bioactmat.2021.01.030.