

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimen dalam skala laboratorium dengan melapiskan HA pada permukaan SS 316 L menggunakan metode ECD.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

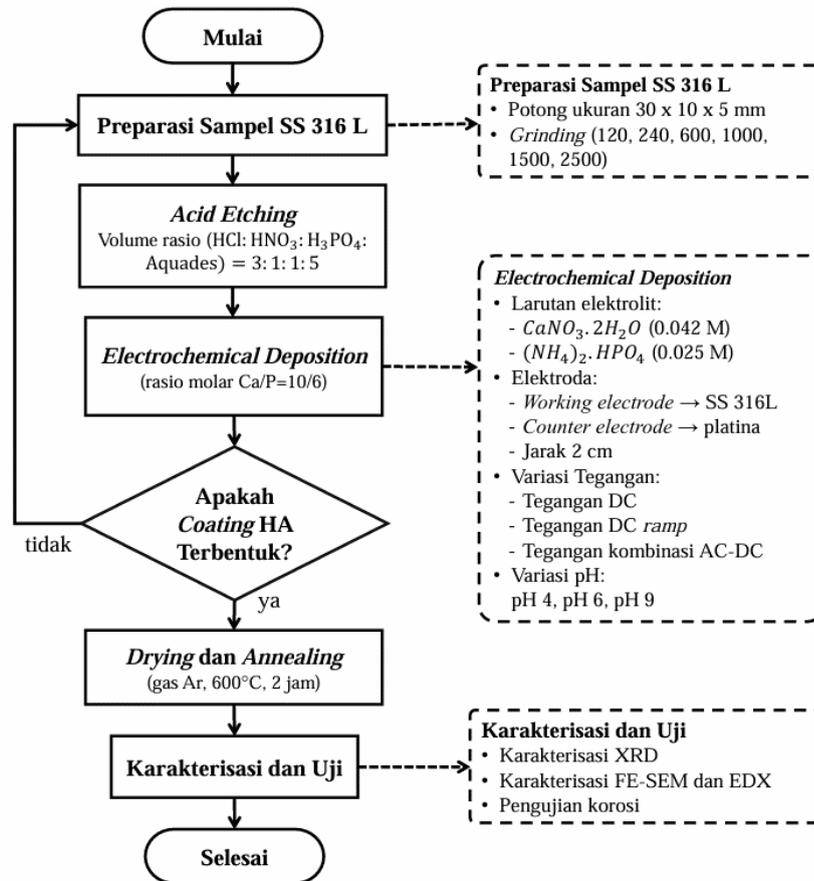
Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2024 hingga Juli 2024 di Kelompok Riset Teknologi Permukaan dan Pelapisan (KR-TPP), Pusat Riset Material Maju, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) di Kawasan Sains dan Teknologi BJ Habibie Serpong.

3.3 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini, diantaranya *grinding polishing machine*, kertas amplas (*abrasive paper*), gelas ukur 25 mL, gelas kimia 50 mL, tisu, selotip atau lakban, *hot plate magnetic stirrer*, *magnetic bar*, AC-DC *power supply*, capit buaya, *neraca digital Ohaus*, spatula, pinset, kertas indikator pH, dan *crucible boat*. Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi SS 316L, *Calcium Nitrat Tetrahydrate* $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ yang diproduksi oleh *Merck KGaA*, *Diammonium Phosphate* $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ yang diproduksi oleh *Merck KGaA*, *Sodium Hydroxyde* (NaOH), *aquades*, *hydrochloric acid* (HCl) dengan persentase 36-38%, *nitric acid* (HNO_3) dengan persentase 65-68%, dan *phosphoric acid* (H_3PO_4) dengan persentase >85%.

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian dilakukan dengan mengikuti tahap-tahap proses yang terjabarkan dalam diagram alir penelitian Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

Adapun penjelasan lebih lanjut mengenai masing-masing tahap proses penelitian tersebut diuraikan sebagai berikut:

3.4.1. Preparasi Sampel

Pelat SS 316L dipotong menjadi berukuran 30 mm x 10 mm x 5 mm. Sampel yang telah dipotong kemudian diampelas menggunakan *grinding polishing machine* dengan kertas ampelas pada grit 240, 600, 800, 1000, 1500, dan 2500 hingga permukaannya menjadi *mirror-like*. Proses *grinding* dilakukan untuk menghilangkan pengotor dan menghaluskan permukaan SS 316L agar bebas dari goresan. Selain itu, *grinding* juga dilakukan untuk menumpulkan bagian lancip di sudut dan pinggir sampel SS 316L untuk menghindari pengumpulan HA akibat tarikan muatan yang lebih kuat pada bagian tersebut. Setelah proses *grinding* selesai, sampel SS 316L dibilas dengan *aquadex* dan dicuci dengan etanol menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 10 menit untuk membersihkan permukaan dari sisa pengotor pada proses sebelumnya. Kemudian, sampel dikeringkan pada suhu ruang.

Maymunah Zilallah, 2024

PENGARUH VARIASI PH ELEKTROLIT DAN TEGANGAN KOMBINASI AC-DC TERHADAP PERTUMBUHAN HIDROKSIAPATIT DI PERMUKAAN STAINLESS STEEL 316L DENGAN METODE ELECTROCHEMICAL DEPOSITION UNTUK APLIKASI IMPLAN ORTOPEDI

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.4.2. Proses *Acid Etching*

Proses *acid etching* dilakukan dengan merendam sampel SS 316L dalam larutan asam untuk meningkatkan kekasaran permukaan yang sesuai dan menambah luas permukaan yang dilapisi HA. Larutan *acid etching* yang digunakan terdiri dari bahan prekursor berupa *hydrochloric acid* (36-38%), *nitric acid* (65-68%), *phosphoric acid* (>85%), dan *aquades* dengan rasio volume 3:1:1:5. Sampel SS 316L kemudian direndam dalam larutan tersebut pada suhu ruang selama 5 menit. Setelah itu, sampel SS 316L kembali dicuci dengan alkohol dan *aquades*, lalu dikeringkan.

3.4.3. Proses ECD dan *Annealing*

Proses ECD diawali dengan membuat larutan elektrolit yang terdiri dari kalsium dan fosfat dengan rasio molar 10:6. Pembuatan larutan elektrolit dilakukan dengan melarutkan 0,042 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (*calcium nitrate*) dengan takaran sebesar 0,496 g dan 0,025 M $(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{HPO}_4$ (*diammonium phosphate*) dengan takaran sebesar 0,165 g ke dalam 50 mL *aquades*. Setelah itu, pH larutan elektrolit diatur sesuai dengan kebutuhan dengan menambahkan 2M HCl atau 2M NaOH.

Dalam pengaturan set alat ECD, sampel SS 316L dipasang sebagai *working electrode* dan katoda, sementara platina dipasang sebagai *counter electrode* dan anoda. Jarak antara *working electrode* dan *counter electrode* diatur sekitar 2 cm. Kedua elektroda kemudian dicelupkan ke dalam larutan elektrolit yang diadakan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200 rpm. Adapun variasi jenis tegangan ECD yang digunakan meliputi tiga metode, yakni tegangan DC konstan, tegangan DC *ramp*, dan tegangan kombinasi AC-DC.

Pada metode tegangan DC konstan, ECD dilakukan dengan tegangan DC tetap pada suhu 80 °C dan pH 9 selama 60 menit, variasi tegangan yang digunakan adalah sebesar 5 V, 10 V, 20 V, 30 V, dan 50 V. Sementara itu, pada metode tegangan DC *ramp*, tegangan ECD dinaikkan secara bertahap dari nol hingga mencapai tegangan puncak yang telah ditetapkan, lalu diturunkan secara bertahap hingga kembali menjadi nol dalam durasi 60 menit. Variasi tegangan puncak DC *ramp* yang digunakan adalah sebesar 15 V, 30 V, 40 V, 45 V, dan 50 V dengan pH elektrolit 9 dan suhu ECD ditetapkan pada suhu ruang untuk menghindari kenaikan

suhu yang terlalu tinggi akibat kenaikan tegangan selama proses ECD.

Selanjutnya, metode yang terakhir adalah tegangan kombinasi AC-DC yang terbagi menjadi dua, yakni unipolar dan bipolar. Pada tegangan kombinasi AC-DC unipolar, digunakan tegangan DC yang sama besar atau lebih besar dari tegangan AC sehingga grafik superposisi tegangan yang dihasilkan hanya berada pada satu daerah positif. Sebaliknya, pada tegangan AC-DC bipolar, digunakan tegangan DC yang lebih rendah dari tegangan AC sehingga grafik superposisi tegangan yang dihasilkan berada pada dua daerah positif dan negatif. Pada metode ini, variasi tegangan yang digunakan adalah 10V tegangan AC dan 10V tegangan DC untuk tegangan kombinasi AC-DC unipolar, dan 10V tegangan AC dan 5V tegangan DC untuk tegangan kombinasi AC-DC bipolar. Proses ECD dilakukan selama 30 menit dan 60 menit pada pH 6 di suhu ruang.

Dari ketiga metode tersebut, disimpulkan satu metode yang paling optimal untuk melapisi HA pada SS 316L, yaitu tegangan kombinasi AC-DC unipolar. Metode ini kemudian digunakan pada eksperimen yang lebih lanjut untuk mengetahui peran kadar pH larutan elektrolit terhadap deposisi lapisan HA. Dalam eksperimen ini, variasi pH larutan elektrolit yang digunakan adalah pH 4, pH 6, dan pH 9. Proses ECD dilakukan pada suhu 70 °C selama 30 menit dengan dua variasi tegangan, yakni kombinasi 1,3 V tegangan AC dan 1,3 V tegangan DC, serta kombinasi 2,5 V tegangan AC dan 2,5 V tegangan DC.

Setelah melalui proses ECD, sampel SS 316L diambil menggunakan pinset, dicuci dengan alkohol dan *aquades*, lalu dikeringkan pada suhu ruang. Pada tahap selanjutnya, sampel diberikan perlakuan panas berupa *annealing* pada suhu 600 °C dengan durasi kenaikan suhu selama 2 jam dan durasi penahanan suhu selama 2 jam menggunakan *furnace* dengan aliran gas Argon.

3.4.4. Karakterisasi dan Pengujian

Dalam penelitian ini, karakterisasi dan pengujian yang dilakukan pada sampel SS 316L yang dilapisi HA meliputi karakterisasi XRD, karakterisasi FE-SEM dan EDS, serta pengujian korosi.

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa yang terbentuk pada lapisan tipis kalsium-fosfat. Data hasil karakterisasi XRD

menghasilkan grafik intensitas dari X-ray yang dipantulkan dengan sudut difraksi tertentu. Setiap fase material memiliki perbedaan intensitas yang menghasilkan puncak pada sudut difraksi tertentu. Hasil data yang diperoleh dari karakterisasi XRD dianalisis dan diplot grafiknya menggunakan bantuan *software* yang dicocokkan dengan referensi agar fasa maupun senyawa dari sampel dapat diketahui.

Selanjutnya, karakterisasi FE-SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari lapisan HA yang dideposisi dengan menggunakan metode ECD serta morfologi sampel sebelum dan sesudah pre-treatment. Prinsip dasar dari SEM adalah dengan menembakkan electron beam melalui electron gun ke arah sampel dan mendeteksi interaksi antara specimen dengan *electron beam* dengan tujuan untuk mendapat gambar morfologi permukaan.

Pengujian terakhir adalah pengujian korosi yang dilakukan menggunakan alat potensiostat jenis Paestat 4000A dan software Ameteksi VersaStudio. Potensiostat merupakan alat yang digunakan untuk mengukur beda potensial pada elektroda kerja (*working electrode*) dan elektroda lawan (*counter electrode*). Pengukuran ketahanan korosi pada material SS 316L yang telah dilapisi HA dilakukan menggunakan pendekatan grafik tafel, yakni dengan menarik garis perpotongan antara nilai sumbu x (arus yang tertukur) dan sumbu y (potensial yang diberikan) untuk mendapatkan nilai laju korosi, nilai I_{corr} , dan nilai E_{corr} .