

DOI: doi.org/10.21009/03.1201.FA32

# PENGARUH VARIASI WAKTU TERHADAP PERMUKAAN MAGNESIUM AZ31 PADA PROSES ELECTROPHORETIC DEPOSITION (EPD)

Amalia Syahiddah<sup>1, a)</sup>, Bunga Rani Elvira<sup>2, b)</sup>, Yudi NugrahaThaha<sup>2, c)</sup>,  
Esmar Budi<sup>1, d)</sup>, Aprilia Erryani<sup>2, e)</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta, Jl. Rawamangun Muka, Jakarta 13220, Indonesia

<sup>2</sup>Research Center for Metallurgy, National Research and Innovation Agency Management Building 720, B.J. Habibie Sains and Technology Area, Banten, 15314, Indonesia

Email: <sup>a)</sup>amaliasyahiddah@gmail.com, <sup>b)</sup>bung002@brin.go.id, <sup>c)</sup>yudi015@brin.go.id, <sup>d)</sup>esmarbudi@unj.ac.id, <sup>e)</sup>apri005@brin.go.id

## Abstrak

*Electrophoretic Deposition (EPD)* banyak digunakan sebagai metode pelapisan karena memiliki nilai efisiensi yang tinggi. Parameter yang berpengaruh terhadap hasil EPD terdiri atas dua bagian yaitu suspensi dan sistem kelistrikan. Teknik EPD dikembangkan untuk membuat laminat, lapisan tipis dan coating, (FGMs), dan keramik bertekstur. Bidang aplikasi EPD relatif luas salah satunya material untuk implantasi. Studi ini menginvestigasi EPD untuk pelapisan *zircon* pada material paduan MgAZ31. Penelitian diawali dengan preparasi sampel MgAZ31 dan dilanjutkan proses EPD. Karakterisasi sistem suspensi meliputi identifikasi morfologi permukaan dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)*, pengujian ketebalan lapisan, dan nilai kekerasan. Pemrosesan dengan EPD dilakukan pada elektroda seluas 1 cm<sup>2</sup>, dengan jarak 2 cm dan arus sebesar 1 mA dengan variasi waktu selama 35, 45, dan 55 menit. Setelah dilakukan pelapisan, sampel di keringkan pada suhu ruang. Selanjutnya sampel diamati dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Berdasarkan pengamatan, lapisan yang paling rapat dihasilkan dari proses EPD dengan waktu proses selama 55 menit. Waktu merupakan salah satu parameter proses EPD yang sangat berpengaruh terhadap morfologi maupun sifat mekanik suatu material. Dimana semakin lama proses coating maka semakin tebal lapisan oksida yang terbentuk.

**Kata-kata kunci:** MgAZ31, *Electrophoretic deposition*, Lapisan Oksida, waktu coating

## Abstract

Electrophoretic Deposition (EPD) is widely used as a coating method because it has a high efficiency value. The parameters that affect the results of the EPD consist of two parts, namely the suspension and the electrical system. The EPD technique was developed to make laminates, films and coatings, (FGMs), and textured ceramics. The field of application of EPD is relatively broad, one of which is material for implantation. This study investigates EPD for zircon coating on MgAZ31 alloy material. The study began with the preparation of the MgAZ31 sample and continued with the EPD process. The characterization of the suspension system includes identification of surface morphology with a Scanning Electron Microscope (SEM), testing of coating thickness, and hardness values. Processing with EPD was carried out on electrodes with an area of 1 cm<sup>2</sup>, with a distance of 2 cm and a current of 1 mA with variations of time for 35, 45 and 55 minutes. After coating, the samples were dried at room temperature. Then the samples were observed with a Scanning Electron Microscope (SEM). Based on observations,

the most dense layers were produced from the EPD process with a processing time of 55 minutes. Time is one of the EPD process parameters which greatly influences the morphology and mechanical properties of a material. Where the longer the coating process, the thicker the oxide layer formed.

**Keywords:** MgAZ31, Electrophoretic deposition, Oxide coating, coating time.

## PENDAHULUAN

Beberapa komponen biomedis seperti sendi buatan, implan dan *drug delivery system* memerlukan penggunaan bahan yang bersifat biokompatibilitas (*biocompatible*) dan mudah terurai (*biodegradable*) menjadi solusi dalam masalah ini, sehingga memerlukan pengembangan biomaterial baru yang dapat digunakan untuk aplikasi ini [1]. Paradigma implan biomedis yang mengharuskan logam implan harus inert dan tahan korosi mulai berubah dengan adanya material *biodegradable*, logam *biodegradable* memiliki kelebihan dibandingkan menggunakan material *biodegradable* lainnya seperti polimer, keramik, pada aplikasi untuk menahan beban yang memerlukan kekuatan tarik tinggi dan *modulus young* yang mendekati tulang manusia [2, 12]. Produk degradasi dari implan itu sendiri harus bisa ditransportasikan serta dihilangkan dari tubuh sehingga tidak menyebabkan akumulasi yang dapat menimbulkan gangguan pada jaringan ataupun sistem pencernaan.

Magnesium (Mg) dan paduannya dengan kapasitas *Scaffolding* baru-baru ini muncul sebagai hotspot di antara beragam jenis polimer dan logam yang dapat diserap oleh tubuh dan sangat berpotensi sebagai bahan implan. Pada larutan yang mengandung ion tertentu, paduan magnesium lebih cepat larut dan menyebabkan laju degradasi yang cepat, hal inilah yang menyebabkan magnesium habis terdegradasi sebelum selesai proses penyembuhan [3]. Salah satu metode yang digunakan untuk memperbaiki sifat mekanik dari suatu material ialah *electrophoretic deposition* (EPD), teknik EPD dapat digunakan untuk membuat lapisan tipis yang ramah lingkungan dan biokompatibel pada bahan implan, sehingga meningkatkan biointegrasi dan ketahanan mekanik substrat. Studi penelitian yang dilakukan dengan menggunakan metode ini dapat memberikan wawasan yang lebih dalam tentang optimalisasi metode EPD dan karakteristik lapisan tipis yang dihasilkan pada aplikasi biomaterial [4]. Selain itu, dibandingkan dengan metode yang lebih tradisional, seperti moulding, EPD lebih kompetitif dalam hal biaya, terutama karena kinetika EPD jauh lebih cepat, sehingga menghasilkan waktu pemrosesan yang terbilang singkat. Dengan demikian, EPD merupakan alternatif atau pelengkap yang sangat baik untuk metodologi deposisi lainnya. Aspek lain yang sangat penting secara ilmiah dan teknologi adalah kontrol ketebalan, densifikasi, dan kualitas struktural pelapis yang memadai. Telah diketahui bahwa kinerja pelapisan sangat bergantung pada adanya pori-pori dan retakan yang dapat menurunkan sifat mekanik suatu material yang berakibat efisiensi perlindungan pelapisan itu sendiri [5].

Teknik *electrophoretic deposition* (EPD) merupakan teknik pemrosesan material yang berprinsip pada pengendapan partikel bermuatan yang terdispersi dalam sistem suspensi karena pengaruh medan listrik. Teknik EPD mendapat perhatian dari kalangan akademisi maupun industri karena selain bisa diterapkan pada berbagai material juga relatif ekonomis dengan peralatan yang tidak rumit. EPD bisa dilakukan untuk semua partikel halus yang terdispersi dalam sistem suspensi, meliputi oksida, karbida, nitrida, logam, dan polimer [6, 7]. Menurut Sakka [8], kesulitan dalam proses EPD diklasifikasikan menjadi 4 kategori: partikel-partikel tidak mengendap; lapisan tidak bertambah tebal; kualitas lapisan buruk; dan lapisan mengalami retakan. Hal-hal tersebut kebanyakan disebabkan karena terjadi masalah dalam metode yang digunakan untuk menyiapkan suspensi [9].

Penelitian yang dilakukan Juan Luis dkk., menunjukkan bahwa pada proses EPD didapatkan hasil terbaik dengan konsentrasi larutan 0,05 g/L diperoleh untuk intensitas arus sebesar 10 mA dengan waktu proses selama 25 menit. Pada lapisan 3YSZ menunjukkan kekompakan, daya rekat, dan kualitas mikrostruktur yang baik. Lapisan oksida pada permukaan mencapai jumlah bahan yang tinggi dan menunjukkan sifat mekanik yang lebih baik [6]. Proses *electrophoretic deposition* (EPD) dapat mempengaruhi nilai kekerasan pada suatu material karena ada penambahan atau penghapusan partikel pada permukaan material selama proses EPD. Partikel yang ditambahkan dapat

meningkatkan kekerasan dan kekuatan material, sedangkan partikel yang dihapus dapat melemahkan dan merusak struktur material. Selain itu, EPD juga dapat meningkatkan homogenitas dan distribusi partikel pada permukaan material, yang pada gilirannya dapat meningkatkan kekerasan secara keseluruhan. Faktor lain yang dapat memengaruhi kekerasan material selama proses EPD adalah variasi dalam parameter seperti kekuatan arus dan waktu pemrosesan [10, 11].

Sintesis lapisan oksida pada permukaan paduan MgAZ31 melalui proses *electrophoretic deposition* (EPD) diharapkan dapat tercipta setelah pemrosesan. Kemudian karakterisasi dilakukan untuk mengidentifikasi mikrostruktur, dan *mechanical properties* pada permukaan MgAZ31.

## METODOLOGI

Penelitian ini diawali dengan melakukan preparasi pada sampel MgAZ31, dimana sampel di solder menggunakan timah dan disambungkan pada kabel tembaga. Sampel selanjutnya di *mounting* menggunakan resin epoxy dengan perbandingan resin dan hardener 2:1 kedalam cetakan, sampel yang telah mengeras selanjutnya di amplas menggunakan mesin *grinding* dengan tingkatan amplas 1500, 2000, 3000, dan 5000. Sampel yang cukup halus selanjutnya di *polish* hingga membentuk permukaan seperti *mirror*. Sampel yang telah siap selanjutnya dicuci terlebih dahulu menggunakan ultrasonic cleaner dimana sampel direndam dalam larutan etanol selama 20 menit. Setelah proses pencucian sampel di keringkan dalam suhu ruang.

Proses dilanjutkan dengan pembuatan larutan suspensi dengan komposisi per 500 ml aquades yaitu : 7 gr NaOH, 7 gr KF, 7 gr NaF, 20 gr Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, 0,6 gr ZrO<sub>2</sub>, dan 0,2 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>. komposisi yang telah ditimbang kemudian di stirrer hingga larutan cukup larut selama ±30 menit, larutan yang telah siap selanjutnya di hitung pH larutan nya menggunakan pH meter dan didapati pH larutan 12,8.

Proses coating dimulai dengan melakukan preprasi peralatan yang akan digunakan, penggunaan *rectifier* sebagai *power supply* selanjutnya di setting dengan konsistensi arus sebesar 1 mA dan menyambungkan sampel MgAZ31 sebagai anoda dan plat platina sebagai katoda. Proses coating dilakukan selama variasi waktu yang di inginkan yaitu 35, 45 dan 55 menit.

### Karakterisasi Material

#### *Scanning Electron Microscope (SEM)*

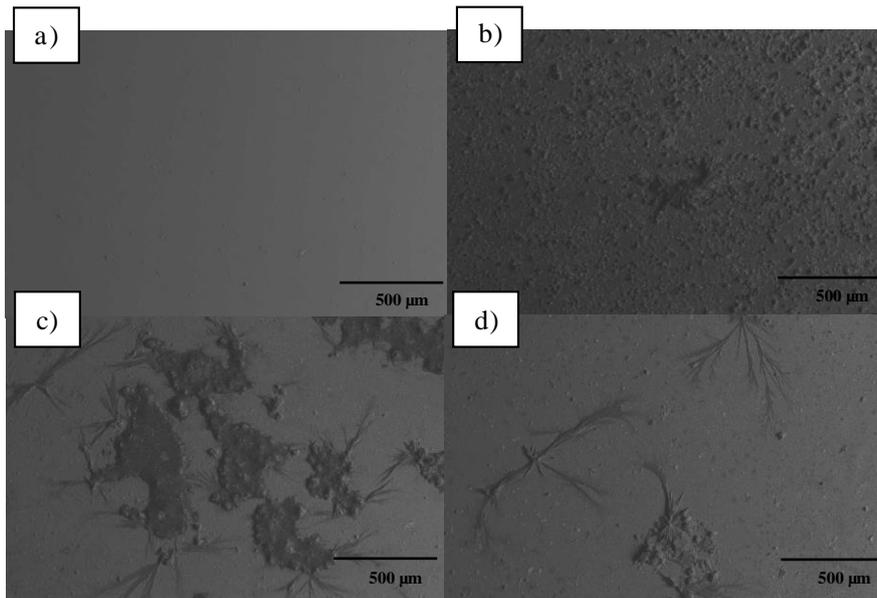
Topografi permukaan dan cacat struktural dari struktur komposit diperiksa menggunakan SEM (*scanning electron mikroskop*). SEM adalah model JEOL JSM6390A. Untuk mengetahui sebaran ZrO<sub>2</sub> dalam komposit, SEM dilengkapi dengan EDS (*energy dispersive spectroscopy*). Sebelum pengujian, sampel komposit dilapisi dengan suspensi. Nilai ketebalan lapisan dapat dihitung menggunakan SEM dengan pengujian melintang.

#### *Pengujian Kekerasan Hardness Vickers*

Pengujian kekerasan yang dilakukan adalah uji kekerasan Vickers, Alat ini dilengkapi dengan sistem program, digital, dan mikroskop *metallurgy*. Pada pengujian menggunakan beban penekanan sebesar 0,3 N dalam waktu penekanan 8 detik. Dilakukan pada 5 titik yang telah di tentukan dan data yang didapat di rata-rata kan untuk mendapat nilai kekerasan pada sampel.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Didapatkan hasil morfologi permukaan pada MgAZ31, terlihat pada gambar 1 dimana proses EPD sangat mempengaruhi perubahan pada morfologi permukaan MgAZ31, pada GAMBAR 1(a) terlihat penyebaran *zircon* yang tidak merata, teralgomerasi, dan tidak banyak membentuk lapisan oksida. Berbeda pada sampel (b)(c) yang sudah terlihat pembentukan lapisan oksida yang terbentuk pada permukaan, dan penyebaran *zircon* yang cukup merata pada sampel 55 menit. Hasil kualitatif EDS pada TABEL 1 dapat memvalidasi *persentase* kandungan permukaan MgAZ31 dimana meningkatnya kandungan Mg dan O pada sampel dengan waktu *coating* yang lebih lama.

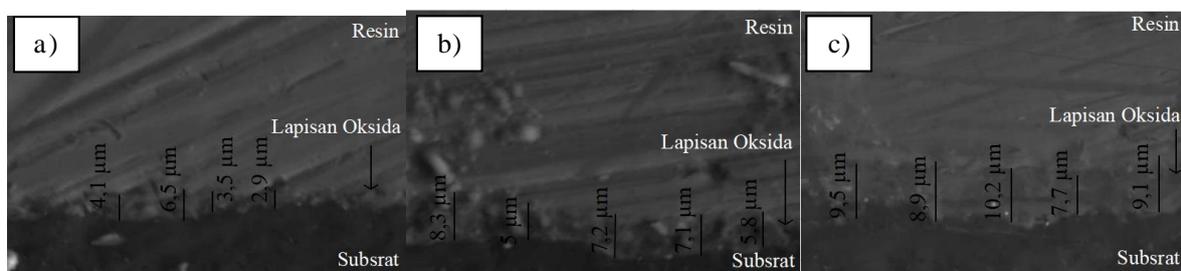


**GAMBAR 1.** Morfologi Permukaan MgAZ31 dengan perbesaran 50X dimana (a) tanpa coating, (b) 35 menit, (c) 45 menit, dan (d) 55 menit

**TABEL 1.** Hasil EDS pada permukaan MgAZ31

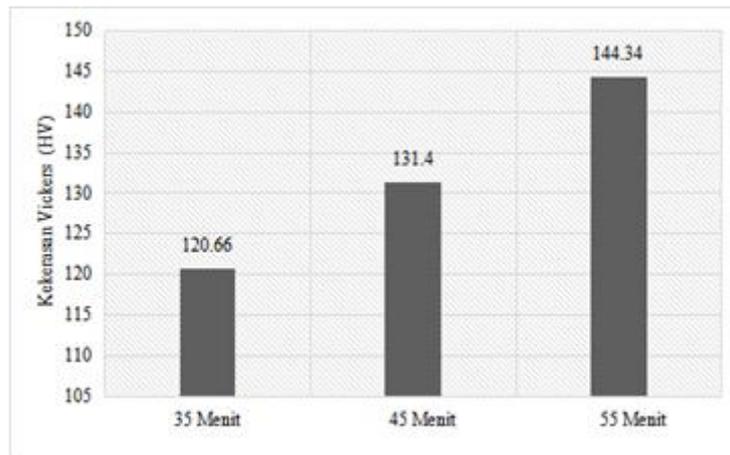
Sampel	Presentase mass %							
	Mg	O	Na	Al	Si	K	Zn	Zr
Tanpa coating	100	-	-	-	-	-	-	-
35 menit	57,71	13,63	9,25	3,15	2,55	2,1	1,19	10,42
45 menit	62,95	14,66	5,49	6,56	1,65	1,09	0,99	5,54
55 menit	68,57	15,62	6,75	4,23	1,06	1,39	0,99	1,39

Seperti yang dijelaskan sebelumnya bahwa proses EPD menciptakan lapisan oksida pelindung tipis yang bersifat homogen, terlihat pada GAMBAR 2 bahwa semakin lama waktu *coating* lapisan yang terbentuk pada permukaan MgAZ31 akan semakin tebal, dengan rata-rata ketebalan lapisan 4,25 μm pada sampel 35 menit, 6,68 μm pada sampel 45 menit, dan 9,08 μm pada sampel 55 menit.



**GAMBAR 2.** Ketebalan lapisan oksida pada permukaan MgAZ31 dimana (a) 35 menit, (b) 45 menit, dan (c) 55 menit

Perubahan sifat mekanik setelah proses EPD juga terlihat pada pengujian nilai kekerasan pada MgAZ31 terlihat pada GAMBAR 3 grafik nilai kekerasan pada MgAZ31, membentuk grafik yang cukup linear dimana semakin lama waktu coating maka nilai kekerasan pada MgAZ31 semakin tinggi.



GAMBAR 3. Grafik nilai kekerasan sampel MgAZ31

### SIMPULAN

Hasil identifikasi morfologi permukaan menggunakan SEM memperlihatkan pengaruh proses EPD pada permukaan MgAZ31 dimana terlihat bahwa terjadi pembentukan lapisan oksida pada permukaan MgAZ31, dan penyebaran *zircon* yang cukup merata. Hal ini divalidasi dengan hasil EDS dimana meningkatnya kandungan Mg dan O pada pengambilan *mapping* EDS. Ketebalan lapisan yang terbentuk menunjukkan semakin lama waktu *coating* maka meningkatkan nilai rata-rata lapisannya. Selanjutnya meningkatnya nilai kekerasan pada sampel dengan waktu *coating* yang lebih lama.

### UCAPAN TERIMAKASIH

Puji dan syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan penelitian ini. Tidak lupa ucapan terima kasih ditunjukkan kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini, yaitu Ibu Aprilia Erryani selaku pembimbing dari Pusat Riset Metalurgi dan Material BRIN serta Bapak Esmar Budi selaku dosen pembimbing dari Program Studi Fisika UNJ.

### REFERENSI

- [1] A. Erryani, "Pengaruh Penambahan Magnesium terhadap Sifat Mekanik, Mikrostruktur dan Electrochemical Impedance Spectroscopy Polimer PLA/ABS untuk Material Implan Bioabsorbabel," *Metalurgi*, vol. 35, no. 3, pp. 89-98, 2020.
- [2] V. K. Bommala *et al.*, "Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review," *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 7, no. 1, pp. 72-79, 2019.
- [3] A. Q. Bichario, "Pengaruh Jarak Nozzle Terhadap Morfologi Dan Laju Degradasi Pada Pelapisan Paduan Mg-5zn Dengan Polikaprolakton Metode Spray Coating Untuk Aplikasi Biodegradable Orthopedic Devices," *Doctoral dissertation*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2018.
- [4] H. Amiri, I. Mohammadi, A. Afshar, "Electrophoretic deposition of nano-zirconia coating on AZ91D magnesium alloy for bio-corrosion control purposes," *Surface and Coatings Technology*, vol. 311, pp. 182-190, 2017.
- [5] W. Deng *et al.*, "Influence of epoxy resin on the microstructure and cavitation erosion of as-sprayed 8YSZ coating," *Ceramics International*, vol. 45, no. 5, pp. 5693-5702, 2019.

- [6] J. L. Pantoja-Pertega *et al.*, “Design, preparation, and characterization of Yttria-Stabilized Zirconia (YSZ) coatings obtained by electrophoretic deposition (EPD),” *Ceramics International*, vol. 47, no. 10, pp. 13312-13321, 2021.
- [7] Pratiwi *et al.*, “Pelapisan Alumina pada Stainless Steel dengan Teknik Electrophoretic Deposition: Pengaruh Rapat Arus,” *In: Seminar MASTER PPNS*, p. 205-212, 2016.
- [8] Sakka, Yoshio, Tetsuo Uchikoshi, “Forming and Microstructure Control of Ceramics by Electrophoretic Deposition (EPD),” *KONA Powder and Particle Journal*, Hosokawa Powder Technology Foundation, vol. 28, pp. 74-90, 2010.
- [9] H. Abdoli *et. al.*, “Fabrication of Aluminum Nitride Coatings by Electrodeposition: Effect of Particle Size on Deposition and Drying Behavior,” *Ceramic International*, vol. 37, pp. 313-319, 2011.
- [10] Saleh *et al.*, “Perkerasan Jalan Lentur (Teori dan Aplikasi),” *Media Sains Indonesia*, 2022.
- [11] Purwaningrum, Yustiasih *et al.*, “Analisis Sifat Fisik dan Mekanik Hasil Pengelasan Rotary Friction Welding pada Sambungan Dissimilar Aluminium T6061-AISI 1012 dengan Variasi Bentuk Sambungan,” 2020.
- [12] Lestari, Franciska Pramuji, “Fabrikasi Paduan Magnesium Berpori dengan Partikel Garam NaCl sebagai Space Holder [Fabrication of Magnesium Alloy Porous by Using NaCl Salt Particle as a Space Holder],” *Metalurgi*, vol. 33, no. 3, pp. 125-134, 2019.