

Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Kinetika Reaksi Pembentukan Hidroksiapatit (HAp) dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Cangkang Telur Itik Melalui Proses Presipitasi

Bintoro¹⁾, Yelmida Azis²⁾, Fajril Akbar²⁾

¹⁾Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia
Laboratorium Material & Korosi dan Laboratorium Dasar Teknik Kimia
Program Studi Teknik Kimia S1, Fakultas Teknik Universitas Riau
Kampus Bina Widya Jl. HR. Soebrantas Km. 12,5 Simpang Baru, Panam,
Pekanbaru 28293

Email: bintoro007@yahoo.co.id

ABSTRACT

Hydroxyapatite ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) is a calcium phosphate compound that has been widely used as a bone implant material because its chemical composition is identical with natural bone. The purposes of this research are synthesis, characterization and study of kinetics of hydroxyapatite formation reaction with PCC (Precipitated Calcium Carbonate) base material of duck eggshell using precipitation method. In this study the samples were taken every 10 minutes as much as 10 mL for 1 hour of stirring, continued stirring up to 24 hours with variation of stirring speed (100; 150; 200; 250; 300 rpm) and ageing for 24 hours. The analysis of Ca concentration in the filtrate was done using the complexometry method. Hydroxyapatite is characterized by XRD. The crystalline structure and the calcium phosphate group in the sample indicate the hydroxyapatite compound. Kinetic synthesis reactions follow the second order equation with the value of reaction rate constant obtained by 0,6277, 0,7284, 0,7668, 0,5674, 0,6285 minutes⁻¹.

Keywords: *Hydroxyapatite, kinetics reaction, PCC, duck's eggshell, precipitation, second order*

1. PENDAHULUAN

Kebutuhan biomaterial yang meningkat, memicu berbagai upaya untuk mencari alternatif biomaterial yang dapat menggantikan struktur jaringan yang hilang tanpa menimbulkan efek negatif serta terjangkau oleh masyarakat. Peningkatan kebutuhan masyarakat dalam penggunaan biomaterial dalam bidang kedokteran terutama bagian tulang dan gigi disebabkan oleh meningkatnya kasus patah tulang dan kerusakan gigi [Kurniawan, 2008].

Senyawa Hidroksiapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) adalah senyawa kalsium fosfat yang merupakan material keramik bioaktif dengan bioafinitas tinggi. Hidroksiapatit telah digunakan

secara luas sebagai bahan implan selama bertahun-tahun karena komposisi kimia indentik dengan tulang alami. Selain memiliki keidentikan dengan tulang asli, kelebihan keramik hidroksiapatit yaitu tidak bersifat racun bagi tubuh, biokompatibel, bioaktif dan *bioresorbable*. Biokompatibel adalah material tersebut tidak menyebabkan reaksi penolakan dari sistem kekebalan tubuh manusia karena dianggap sebagai benda asing. Bioaktif adalah material yang akan membantu pembentukan sebuah lapisan permukaan apatit biologis yang mengakibatkan pembentukan sebuah ikatan kimia langsung ketulang. Material yang *bioresorbable* berperan

dalam proses pembentukan dan reabsorpsi yang terjadi dalam jaringan tulang. Berikut merupakan beberapa merek dari senyawa HAp yang telah dikomersialkan dalam aplikasi medis sebagai pelapis pelapis implan maupun ataupun pengisi tulang [Suryadi, 2011].

Pembuatan hidroksiapatit dapat menggunakan bahan alam yang memiliki kandungan kalsium yang tinggi seperti tulang manusia, tulang hewan, batu gamping, kerang-kerangan [Azis dkk, 2015; Muntamah, 2011], coral dan pasir coral [Hien dkk, 2010] dan cangkang telur ayam [Yahya, 2016; Gergely dkk, 2010] sebagai bahan dasar pembuatan hidroksiapatit. Pemanfaatan cangkang telur itik sebagai bahan baku pembuatan hidroksiapatit belum terlalu banyak dikembangkan, sehingga masih menjadi limbah bagi masyarakat. Produksi telur itik di Indonesia pada tahun 2015 sekitar 278.535 Ton, pada 2016 meningkat mencapai 290.110 Ton. Di Provinsi Riau, produksi telur itik pada tahun 2015 sebanyak 1.594 Ton dan terjadi peningkatan pada tahun 2016 yaitu menjadi 1.658 Ton [Direktorat Jendral Peternakan, 2016]. Menurut Wu dkk [2016] berat cangkang telur itik berkisar 11 % dari berat total telur. Bila dikalkulasikan, limbah cangkang telur itik yang berada di provinsi Riau adalah berkisar 182,38 ton pada tahun 2016.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan baku berupa limbah cangkang telur itik sebagai sumber kalsium, HNO_3 65%, NH_4OH 25%, gas CO_2 , larutan EDTA 0,1 M, indikator EBT, buffer pH 10, aquades dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 99%.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah buret, statif, erlenmeyer, gelas piala, gelas ukur, labu ukur, corong, cawan penguap, pipet volum, *stirrer*, *furnace*, oven, ayakan

100-120 *mesh*, lumpang, timbangan analitik, dan peralatan XRD.

2.2 Variabel Penelitian

Variabel tetap pada penelitian ini adalah cangkang telur itik yang telah dihaluskan ukuran 100-120 *mesh*, rasio Ca/P 1,77, waktu reaksi 24 jam, waktu *aging* 24 jam, laju alir 6 mL/menit dan suhu ruang. Sedangkan variabel berubah pada penelitian ini adalah kecepatan pengadukan 100 rpm, 150 rpm, 200 rpm, 250 rpm, dan 300 rpm.

2.3 Pembuatan *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC)

Pembuatan PCC dilakukan dengan metode karbonasi yang telah dimodifikasi oleh Jamarun dkk (2007). Telur itik (CaCO_3) dikalsinasi pada suhu 900°C selama 3 jam lalu menjadi CaO . CaO dilarutkan dengan larutan HNO_3 2 M dengan perbandingan 51 gr CaO / 900 ml HNO_3 2M, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 350 rpm selama 30 menit. Hasil reaksi kemudian disaring. Filtrat hasil penyaringan kemudian dipanaskan hingga suhu 60°C sambil ditambahkan larutan NH_4OH hingga mencapai pH 11. Campuran kemudian disaring kembali. Filtratnya ditampung dan kemudian dikontakkan dengan aliran gas CO_2 yang rendah hingga mencapai pH 8. Setelah pengontakkan selesai akan terdapat endapan putih. Endapan putih tersebut disaring. Endapan kemudian dicuci dengan aquades hingga mencapai pH 7. Selanjutnya endapan dioven dengan suhu 105°C hingga berat konstan. Endapan yang didapat adalah PCC.

2.4 Sintesis Hidroksiapatit

Metode pembuatan hidroksiapatit pada penelitian ini menggunakan metode presipitasi. Sebanyak 5 gram PCC dilarutkan dalam HNO_3 0,5 M sebanyak 200 ml. Rasio perbandingan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

dan PCC yang digunakan dihitung sesuai variabel rasio mol Ca/P. $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ yang diperoleh dari perhitungan dilarutkan ke dalam 360 ml aquades. Larutan PCC direaksikan dengan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dengan waktu reaksi 24 jam pada suhu ruang dengan variasi kecepatan pengadukan 100 rpm, 150 rpm, 200 rpm, 250 rpm, dan 300. Reaksi dilakukan di dalam gelas kimia 1 L. Untuk mendapatkan pH 11, larutan PCC ditambahkan larutan NH_4OH 25%. Setelah waktu reaksi selesai, campuran hidroksiapatit diendapkan selama 24 jam pada suhu yang sesuai dengan variabel temperatur reaksi.

Hasil hidroksiapatit yang didapat dimurnikan dengan cara menyaring endapan hidroksiapatit. Kemudian dicuci dengan aquades hingga mencapai pH 7. Hasil hidroksiapatit dikeringkan di dalam *furnace* dengan suhu 110°C lalu disintering selama 1 jam pada suhu 500°C .

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

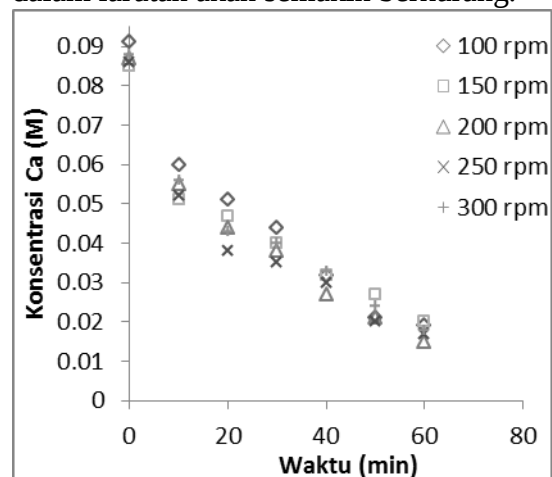
3.1 Karakterisasi Hidroksiapatit (HAp)

Difraktogram hidroksiapatit pada kecepatan pengadukan 100 rpm, puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : $25,844^\circ$, $31,668^\circ$, $39,851^\circ$, $46,688^\circ$, $49,495^\circ$. Difraktogram hidroksiapatit pada kecepatan pengadukan 150 rpm, puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : $25,850^\circ$, $31,853^\circ$, $39,832^\circ$, $46,724^\circ$, $49,670^\circ$. Difraktogram hidroksiapatit pada kecepatan pengadukan 200 rpm, puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : $25,891^\circ$, $32,223^\circ$, $39,854^\circ$, $46,729^\circ$, $49,450^\circ$. Difraktogram hidroksiapatit pada kecepatan pengadukan 250 rpm, puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : $25,891^\circ$, $31,869^\circ$, $39,972^\circ$, $46,778^\circ$, $49,546^\circ$. Difraktogram hidroksiapatit pada kecepatan pengadukan 300 rpm,

puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : $25,877^\circ$, $32,045^\circ$, $39,806^\circ$, $46,560^\circ$, $49,428^\circ$. Berdasarkan puncak-puncak yang muncul dari XRD tersebut dapat disimpulkan bahwa difraktogram hidroksiapatit yang paling sesuai adalah pada kecepatan pengadukan 150 rpm. Dari hasil analisis XRD juga diketahui bahwa hidroksiapatit hasil sintesis adalah hidroksiapatit dengan bentuk kristal heksagonal.

3.2 Perubahan Konsentrasi Ca

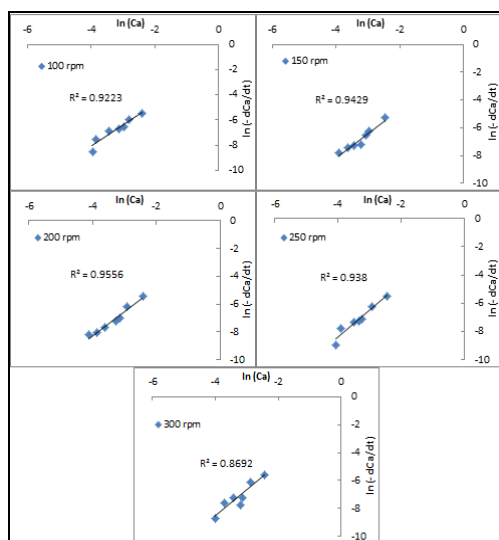
Konsentrasi awal kalsium nitrat akan mengalami pengurangan setiap waktu selama proses berlangsung, karena kalsium nitrat akan bereaksi dengan asam fosfat membentuk hidroksiapatit. Perubahan konsentrasi per satuan waktu dapat didefinisikan sebagai laju reaksi. Berikut merupakan grafik perubahan konsentrasi kalsium nitrat terhadap waktu. Penurunan konsentrasi Ca terhadap waktu seiring bertambahnya kecepatan pengadukan juga dibuktikan oleh Saputra [2015] yang menyatakan bahwa semakin tinggi kecepatan pengadukan maka semakin cepat tumbukan antar partikel akan semakin cepat sehingga konsentrasi Ca yang ada dalam larutan akan semakin berkurang.



Gambar 1. Perubahan konsentrasi kalsium nitrat terhadap waktu pada variasi kecepatan pengadukan.

3.3 Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Orde Reaksi

Dalam penentuan orde reaksi diketahui bahwa dengan menggunakan metode diferensial salah satunya *numeric methods* (Gambar 2) didapatkan bahwa sintesis hidroksiapatit dari PCC cangkang telur itik mengikuti persamaan orde dua dengan nilai konstanta berturut-turut 0,6277, 0,7284, 0,7668, 0,5674, 0,6285 menit^{-1} .



Gambar 2. Hasil untuk variasi kecepatan pengadukan dengan menggunakan metode diferensial

4. KESIMPULAN

Kesimpulan yang diperoleh dari hasil penelitian yaitu pada variabel temperatur di penelitian ini, yaitu penentuan kinetika reaksi sintesis hidroksiapatit dari PCC cangkang telur itik melalui metode presipitasi mengikuti persamaan orde dua. Berdasarkan pengaruh variasi kecepatan pengadukan nilai konstanta laju reaksi didapat berturut-turut sebesar 0,6277, 0,7284, 0,7668, 0,5674, 0,6285 menit^{-1} .

DAFTAR PUSTAKA

- Azis, Y., N. Jamarun, S. Arief dan H. Nur, 2015. Facile Synthesis of Hidroxyapatite Particles from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hidrothermal Method. *Oriental Journal of Chemistry* 31(2) : 1099-1105
- Direktorat Jendral Peternakan, 2016. Produksi Telur Itik Menurut Provinsi 2011-2016. Jakarta.
- Gergely, G., F. Weber, I. Lukacs, A. L. Toth, Z. E. Horvath, J. Mihaly dan C. Balazsi. 2010. Preparation and Characterization of Hydroxyapatite from Eggshell. *Ceramics International* (36) : 803-806
- Hien, V. D., D. Q. Huong, dan P. T. N. Bich, 2010. Study of the Formation of Porous Hydroxyapatite Ceramics from Corals via Hydrothermal Process. *Journal of Chemistry* 48(5): 591 - 596.
- Jamarun, N., Yulfitrin, dan S. Arief. 2007. Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batu Kapur dengan Metoda Kaustik Soda. *Jurnal Riset Kimia*. 1 (1): 20-24.
- Kurniawan, Y., A., 2008, Fabrikasi dan Karakterisasi SEM Biomaterial Hidroksiapatit dari Gypsum ALam Kulon Progo dengan Tekanan 200 MPa yang disinter pada Temperatur 200 oC, 800 oC, 1400 oC selama 3 Jam, Tugas Akhir, Teknik Mesin UMS, Surakarta.
- Muntamah. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Cangkang Kerang Darah (*Anadara granosa*, sp). *Tesis*. Institut Pertanian Bogor (IPB). Bogor.
- Saputra, F., 2015. Kinetika Reaksi Pada Sintesis Hidroksiapatit Dengan Metode Presipitasi. *Skripsi*. Universitas Riau.

- Wu, S.H., H.C. Hsu, S.K. Hsu, Y.C. Chang, dan W.F. Ho, 2016. Synthesis of hydroxyapatite from eggshell powders through ball milling and heat treatment. *Journal of Asian Ceramic Societies* 4:85-90.
- Yahya, M. 2016 .Sintesis Hidroksiapatit dari Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Cangkang Telur Ayam Melalui Proses Hidrotermal Dengan Variasi Rasio Ca/P dan Suhu Reaksi. Skripsi. Fakultas Teknik Universitas Riau. Pekanbaru.