

Pengaruh Waktu Reaksi pada Sintesis Hidroksiapatit dari *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC) Terumbu Karang Melalui Proses Hidrotermal

Dani Pradana¹⁾, Yelmida Azis²⁾, Komalasari²⁾

¹⁾Program Studi Teknik Kimia Universitas Riau,
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

²⁾Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293

Email: danipradana17@gmail.com

ABSTRACT

Coral reefs in Indonesia have a good predicate of around 65%, while damaged coral reefs are around 35%. The damaged coral reefs have not been used optimally, whereas coral reefs have a high content of calcium carbonate which is as much as 78.81%, so that damaged coral reefs can be used as raw material for the synthesis of Hydroxyapatite (HAp). Hydroxyapatite is a bioceramics that can be used as a bone and dental grafting material, catalyst or adsorbent. This study aims to synthesize hydroxyapatite through the formation of Precipitated Calcium Carbonate (PCC) from coral reefs. The research procedure begins with the coral reefs calcination process to form CaO which is then made into PCC with the carbonation method. PCC as a source of calcium was synthesized into hydroxyapatite using a hydrothermal process at 140oC with various reaction times 11, 12, 13, 14, 15, 16, and 17 hours. Hydroxyapatite from the synthesis results is analyzed by X-ray Diffraction (XRD). The results of XRD analysis showed the formation of hydroxyapatite compounds from an angle of 2θ which corresponds to the data (ICDD 01-072-1243). Hydroxyapatite synthesized at a reaction time of 15 hours gave the best results with a hexagonal crystal structure and a crystal size of 49.81141 nm.

Keywords : carbonation, hydrothermal, PCC, reaction time.

1. PENDAHULUAN

Indonesia memiliki luas wilayah lautan yang jauh lebih besar dibanding daratan, pantai dengan garis pantai sepanjang 81.000 Km. Laut yang menyimpan kekayaan sumber daya hayati maupun non hayati, perlu dikelola dengan baik agar bisa dimanfaatkan secara optimal agar memberikan manfaat yang besar bagi kesejahteraan rakyat Indonesia. Letak Indonesia yang berada di kawasan tropis memungkinkan ekosistem di laut dangkal seperti terumbu karang untuk tumbuh berkembang. Terumbu karang merupakan salah satu potensi kekayaan laut Indonesia.

Berdasarkan kebijakan satu peta (*one map policy*), bahwa luas terumbu karang di Indonesia berdasar analisis dari citra satelit adalah sekitar 2,5 juta hektar.

Menurut data dari Program Rehabilitasi dan Pengelolaan Terumbu Karang di Indonesia atau *Coral Reef Rehabilitation Management Program* Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (COREMAP LIPI), hanya 6,39 % terumbu karang yang ada di Indonesia berpredikat sangat baik. Sampai saat ini pemanfaatan terumbu karang yang rusak belum optimal. Melihat hal tersebut, perlu dilakukan

upaya untuk pemanfaatan terumbu karang yang rusak agar terumbu karang yang rusak tersebut dapat bernilai ekonomis (Sivakumar, 1996). Karena memiliki kandungan kalsium karbonat yang tinggi yaitu sebanyak 78,81%, sehingga dalam bentuk CaO terumbu karang dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar dalam sintesis hidroksiapatit

Hidroksiapatit (HAP) adalah molekul kristalin yang tersusun dari fosfor dan kalsium dengan rumus molekul $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Hidroksiapatit merupakan biokeramik yang banyak digunakan sebagai bahan pencangkok tulang dan gigi, katalis dan adsorben. Namun karena harganya yang relatif mahal yaitu satu juta per gram, maka penggunaan hidroksiapatit menjadi sangat terbatas.

Sintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya dengan metode presipitasi, *sol gel*, *mechanochemical* dan hidrotermal. Sintesis hidrotermal didefinisikan sebagai metode pembentukan material (kristal) pada tekanan tinggi, dimana temperatur reaksi dapat dinaikkan diatas titik didih air dan pencapaian tekanan dari saturasi uap air (Manafi, 2009). Kelebihan dari metode ini adalah prosesnya sederhana, murah, dan memberikan perolehan hasil *yield* yang tinggi (>90%) (Bingol dkk, 2012). Proses hidrotermal juga memiliki kelebihan lain yaitu menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi dan distribusi partikel yang homogen (Agustinus, 2009).

Pada penelitian ini dilakukan proses sintesis hidroksiapatit menggunakan bahan baku terumbu karang dengan metode hidrotermal yang telah menghasilkan kristal hidroksiapatit yang memiliki kemurnian yang cukup tinggi.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan baku terumbu karang sebagai sumber kalsium yang didapat dari pantai Padang, Sumatera Barat, HNO_3 2 M dari Merck, NH_4OH 33 % dari Merck, CO_2 dari PT. Aneka Gas Industri, Aquades dari PT. Brataco dan $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 99 % dari Merck.

2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer, corong, kertas saring, gelas piala, cawan penguap, *vessel* hidrotermal, *furnace*, oven, *stirrer*, ayakan 100-120 mesh, lumpang, timbangan analitik, *hot plate*, pipet tetes, labu ukur, gelas ukur, pipet volum, peralatan untuk analisis XRD dan SEM.

2.3 Variabel

Variabel tetap pada penelitian ini adalah ukuran terumbu karang yang telah dihaluskan 100-120 *mesh*, rasio Ca/P 1,77, pH 11, dan suhu reaksi 140°C. Sedangkan variabel bebas pada penelitian ini adalah waktu reaksi 11, 12, 13, 14, 15, 16, dan 17 jam.

2.4 Prosedur Penelitian

2.1 Persiapan Bahan Baku

Terumbu karang dibersihkan terlebih dahulu dan dijemur satu hari untuk menghilangkan kadar air pada proses pembersihan. Terumbu Karang yang telah kering selanjutnya dihaluskan menggunakan lumpang dan diayak menggunakan ayakan 100-120 *mesh* untuk mendapatkan ukuran partikel terumbu karang rata-rata 100 *mesh*.

2.2 Tahap Sintesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC)

Terumbu karang yang sudah dihaluskan hingga berukuran 100 *mesh* selanjutnya dikalsinasi didalam *furnace* dengan suhu 900°C selama 3 jam untuk mendapatkan CaO. CaO yang didapatkan kemudian dilarutkan dengan HNO₃ 2M dengan rasio 17 gram CaO/ 300 ml HNO₃ 2M dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit setelah itu disaring. Filtrat yang didapat pada proses penyaringan dipanaskan pada suhu 60°C dan diatur sampai pH 12 dengan penambahan NH₄OH pekat lalu disaring kembali. Filtrat yang didapatkan diendapkan dengan menambahkan gas CO₂ secara perlahan hingga pH filtrat menjadi 8 dan terlihat endapan berwarna putih susu yang selanjutnya disebut *Precipitated Calcium Carbonate* (PCC). Endapan yang didapat kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH 7 lalu dikeringkan dalam *oven* pada suhu 105°C sampai berat hasil timbangan yang didapat konstan untuk menghilangkan sisa air dari proses pengendapan.

2.3 Tahap Sintesis Hidroksiapatit

Tahap sintesis hidroksiapatit dilakukan dengan mencampurkan PCC dan larutan jenuh (NH₄)₂HPO₄ dengan suhu reaksi 140°C dan pH 11 menggunakan NH₄OH 33%. Proses pencampuran ini dilakukan didalam *vessel* hidrotermal dengan variasi waktu reaksi 11, 12, 13, 14, 15, 16, dan 17 jam yang ditempatkan di dalam oven.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis hidroksiapatit dari PCC terumbu karang dilakukan melalui proses hidrotermal dengan variasi waktu reaksi 11, 12, 13, 14, 15, 16, dan 17 jam.

Hidroksiapatit hasil sintesis dianalisa dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Analisa XRD berfungsi untuk mengidentifikasi struktur, ukuran kristal, unsur, parameter kisi, dan derajat kristalinitas suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul. Pola difraksi sinar X senyawa hidroksiapatit hasil sintesis dan pola spektrum XRD hidroksiapatit standar dari data ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) 01-074-4172.

Hasil difraktogram XRD menunjukkan serapan pada sudut 2θ pada hidroksiapatit hasil sintesis pada waktu 15 jam yang mirip dengan pola spektrum XRD hidroksiapatit standar dari data ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) 01-074-4172 pada sudut 2θ: 25.8403°, 31.7040°, 32.1276°, 32.7984°, 33.9768°, 39.6965°, 49.3897°.

Data analisis XRD selanjutnya digunakan untuk menentukan ukuran diameter kristal hidroksiapatit hasil sintesis. Perhitungan ukuran diameter kristal dilakukan menggunakan persamaan *Scherer*. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa waktu reaksi tidak terlalu berpengaruh terhadap ukuran partikel. Semakin lama waktu reaksi, ukuran diameter kristal tidak terlalu banyak mengalami perubahan.

Untuk mengetahui morfologi hidroksiapatit hasil sintesis dilakukan analisis lanjutan menggunakan SEM untuk senyawa hidroksiapatit hasil sintesis pada suhu 140°C selama 15 jam. Dari gambar SEM terlihat senyawa hasil sintesis pada 140°C selama 15 jam berbentuk kristal jarum dengan ukuran yang hampir seragam. Hal ini sesuai dengan yang pernah diteliti oleh Azis dkk (2015), dimana partikel yang diamati berbentuk kristal.

4. KESIMPULAN

Kesimpulan dari hasil kegiatan penelitian ini sebagai berikut :

1. Sintesis hidroksiapatit melalui pembentukan *Precipitated Calcium Carbonat* dari terumbu karang telah berhasil dilakukan menggunakan metoda hidrotermal.
2. Dari analisis XRD senyawa hidroksiapatit hasil sintesis, pola spektrumnya sangat mirip dengan hidroksiapatit standar.
3. Sintesis hidroksiapatit melalui jalur pembentukan PCC dari terumbu karang, pada suhu 140°C dengan waktu reaksi 15 jam memberikan hasil yang paling baik.
4. Struktur kristal hidroksiapatit yang diperoleh berbentuk heksagonal dengan ukuran kristal rata-rata $\pm 49,81$ nm

5. DAFTAR PUSTAKA

Agustinus, E., 2009, *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas dan Kualitas Kristal*, Puslit

Geoteknologi Komplek LIPI : Bandung.

- Azis, Y., N. Jamarun, S. Arief dan H. Nur, 2015, Facile Synthesis of Hydroxyapatite Particles from Cockle Shells (*Anadara granosa*) by Hydrothermal Method, *Oriental Journal of Chemistry*, Vol. 31, No. (2):pg. 1099-1105
- Bingol, O.R., dan C. Durucan, 2012, Hydrothermal Synthesis of Hydroxyapatite from Calcium Sulfate Hemihydrate, *American Journal of Biomedical Sciences*, 4, 50-59.
- Giyanto, Abrar, Hadi, Budiyanto, Hafiz, Abdullah, dan Iswari, 2017, *Status Terumbu Karang Indonesia*, Jakarta
- Manafi, A. M. dan S. Joughehdoust, 2009, Synthesis of Hydroxyapatite Nanostructure by Hydrothermal Condition for Biomedical Application, *Iranian Journal of Pharmaceutechal Science*. 5(2):89-94.
- Sivakumar, M., 1996, Development of Hydroxyapatite Derived From Indian Coral, *Indian Journal of Biomaterials* vol.17, no.17.