

Kinetika Reaksi Sintesis Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Presipitasi

Deni Astika, Ahmad Fadli, Silvia Reni Yenty

Laboratorium Material & Korosi

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau

Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293

Email : deniastika@rocketmail.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite is one of kind bioceramics that can be use for implant in human body. Bioceramics hydroxyapatite was synthesized from bovine bones by using precipitation method. The purpose of this research was to determine the influence of temperature reaction to reduction concentration of calcium hydroxide and then to determine the kinetics reaction of synthesis hydroxiapatite from bovine bones by using precipitation method. Bovine bones was calcined at temperatures 1000 °C to produce calcium oxide (CaO). CaO was dissolved to distilled water and was mixed gently in to phosphoric acid (H₃PO₄) and then was heated. Then the filtrate tested by using complexometry to gain the concentration of calcium hydroxide. The result of kinetics reaction in synthesis hydroxiapatite from bovine bones by using precipitation method can by approaching to pseudo first order equations and pseudo second order. The reaction rate constants by using variation temperature can be approximated by using Arrhenius equation by value obtained are :

$$k = 82,43e - (25382.64 / RT)$$

Keywords : *hydroxyapatite, precipitation, reaction kinetics, pseudo first order*

1. Pendahuluan

Kecelakaan, bencana serta penyakit osteoporosis di Indonesia dapat mengakibatkan kerusakan pada tulang dan hal ini menjadi salah satu alasan meningkatnya kebutuhan biomaterial di Indonesia, salah satunya senyawa biokeramik hidroksiapatit.

Hidroksiapatit adalah senyawa yang memiliki rumus molekul Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂ berbentuk padatan berwarna putih. Senyawa HA terdiri dari ion-ion Ca, PO₄, dan OH yang tersusun secara rapat membentuk struktur apatit. Aplikasi HA terbatas hanya pada implan yang tidak banyak menanggung beban dalam aktifitas, seperti implan untuk operasi telinga bagian tengah, pengisi tulang yang rusak pada operasi ortopedik, serta pelapis (coating) pada implan dan dental [Suryadi, 2011]. Biokeramik hidroksiapatit berpotensi sebagai bahan implan karena memiliki sifat biokompatibilitas dan bioaktif.

Dalam penelitian ini dipilih tulang sapi sebagai bahan baku sumber kalsium dengan

metode presipitasi. Potensi sampah biologi (biowaste) seperti tulang sapi di Indonesia cukup besar ketersediaannya. Menurut data BPS pada tahun 2012 jumlah pemotongan sapi yang ada di pekanbaru mencapai 159.855 ekor setiap tahunnya. Komposisi kimia tulang sapi terdiri dari zat anorganik berupa Ca, P, O, H, Na dan Mg. Kalsium dan fosfor merupakan unsur utama pembentuk hidroksiapatit sehingga tulang sapi dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis hidroksiapatit.

Beberapa peneliti telah menggunakan tulang sapi sebagai sumber kalsium dengan metode sintesis yang berbeda. Pinangsih dkk [2014] menggunakan metode sol – gel dengan bahan baku tulang sapi sebagai sumber kalsium dan asam fosfat (H₃PO₄) . sintesis ini dimulai dengan membuat senyawa CaCl₂ menggunakan HCl sebagai pelarut dengan konsentrasi 1; 1,5; 2; 2,5 M sementara untuk pemakaian H₃PO₄ digunakan variasi volume

sebanyak 10, 25, 75. Konsentrasi optimum pada sintesis prekursor CaCl_2 adalah 1 M dan volume H_3PO_4 optimum pada sintesis hidroksiapatit adalah 25 ml dengan ukuran $0,52 \mu\text{m}$.

Pudjiastuti [2012] juga melakukan sintesis HA dari tulang sapi menggunakan metode *spray drying*. Tulang sapi dengan proses kalsinasi dan tanpa kalsinasi yang telah melewati *ball mill* hingga berukuran partikel kurang dari $149 \mu\text{m}$ dijadikan dalam bentuk suspensi. Suspensi tersebut dimasukan kedalam *ultrasonic processor* dengan menambahkan media sonikasi, lalu dilakukan *spray drying* hingga didapat HA dengan ukuran kurang dari $50 \mu\text{m}$. Dari penelitian itu dihasilkan HA yang baik jika melewati proses kalsinasi, hal ini terjadi karena adanya proses pelepasan karbon dioksida dari karbonat.

Tinjauan kinetika reaksi pada sintesis HA telah dilakukan oleh Cao dkk [2004] menggunakan bahan baku $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, NH_2CONH_2 dan $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan metode *ultrasonic precipitation* berdasarkan variasi suhu pada 60°C , 70°C , 80°C , dan 90°C . Hasil sintesis HA yang didapat kemudian digunakan untuk mengetahui kinetika reaksi serta orde reaksi pembentukannya, dengan asumsi orde reaksi mengikuti *pseudo first order*. Berdasarkan persamaan *Arrhenius* maka didapat nilai konstanta laju reaksi (k) sebesar $4,22 \times 10^{8-59,9/RT}$.

Tujuan dari penelitian ini untuk menentukan pengaruh temperatur terhadap produk HA yang dihasilkan serta menentukan kinetika reaksi sintesis hidroksiapatit pada variasi temperatur dan kecepatan pengadukan.

2. Metodologi Penelitian

2.1 Persiapan Bahan Baku

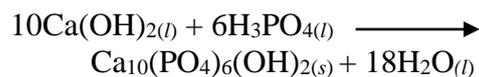
Tulang sapi di bersihkan dan dicuci lalu dikeringkan. Tulang yang telah kering kemudian dikalsinasi menggunakan furnace ada temperatur 1000°C selama 6 jam hingga menjadi CaO . Serbuk CaO di analisa menggunakan uji AAS untuk menentukan kandungan kalsium.

2.2 Preparasi Larutan Kalsium Hidroksida dan larutan Fosfat

Larutan kalsium hidroksida dibuat dengan cara melarutkan CaO kedalam aquadest sedangkan untuk membuat larutan fosfat dilakukan dengan cara mengencerkan H_3PO_4 . Pembuatan larutan ini mengikuti perhitungan yang sesuai dengan stoikiometri.

2.3 Sintesis Hidroksiapatit

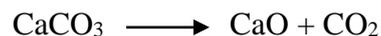
Proses sintesis dilakukan dengan cara meneteskan larutan asam fosfat kedalam larutan kalsium hidroksida dengan laju alir 1 mL/menit sambil dipanaskan. Larutan pada *beaker* diambil pada setiap 20 menit sebanyak 20 mL kemudian di *ageing* pada ruangan terbuka selama 24 jam. Endapan yang terbentuk lalu disaring menggunakan kertas saring *whatman*. Filtrat di uji menggunakan titrasi kompleksometri sementara presipitat yang tertahan pada kertas saring dicuci dan dikeringkan menggunakan oven lalu dikalsinasi menggunakan *furnace*.



3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Kalsinasi Tulang Sapi

Tulang sapi yang telah dikalsinasi mengalami perubahan berat sebesar 60% dari massa awal tulang. Tulang sapi sebelum di kalsinasi dan sesudah kalsinasi memiliki perbedaan warna yang sangat jelas terlihat. Tulang sapi sebelum kalsinasi berwarna kuning dan setelah dikalsinasi berubah warna menjadi putih. Ooi dkk [2007] menjelaskan bahwa adanya gugus N-H pada 2913 cm^{-1} dan amida pada 1251 cm^{-1} didalam tulang sapi sebelum kalsinasi, sehingga dengan bertambahnya temperatur maka perubahan warna akan terjadi karena penguraian zat organik tersebut.

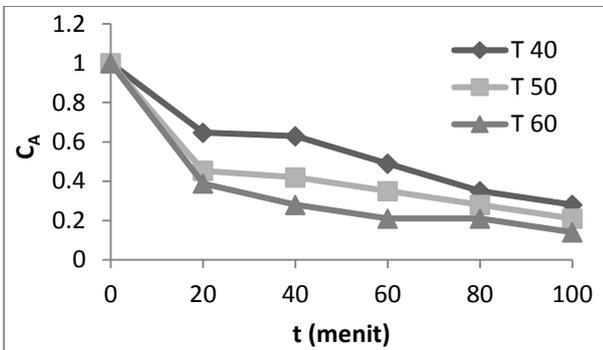


Tabel 4.1 Hasil analisa senyawa dalam tulang sapi sebelum dan setelah kalsinasi menggunakan AAS

| Parameter Uji (%) | Nilai (%) | |
|-------------------|-------------------|-------------------|
| | Sebelum kalsinasi | Setelah kalsinasi |
| Ca | 50,29 | 82,92 |
| Mg | 5,51 | 8,63 |
| Na | 2,69 | 2,75 |

3.2 Perubahan Konsentrasi Kalsium Hidroksida Terhadap Waktu

Konsentrasi kalsium hidroksida sebelum proses titrasi dilakukan adalah 1 M sebagai konsentrasi awal (C_{A0}). Konsentrasi reaktan awal (kalsium hidroksida) akan berkurang seiring dengan proses presipitasi setiap waktu sebagai C_A .



Gambar 1. Hubungan antara konsentrasi kalsium hidroksida terhadap waktu pada berbagai temperatur

Berdasarkan gambar 1 konsentrasi kalsium hidroksida dalam filtrat terus menurun terhadap waktu. Konsentrasi kalsium hidroksida maksimum diperoleh pada waktu reaksi 100 menit dengan temperatur 60°C pada pengadukan 300 rpm yang ditandai dengan perolehan kadar kalsium hidroksida dalam filtrat sebesar 0.14 M. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kalsium yang berikatan dengan fosfat akan semakin banyak maka kalsium yang tersisa dalam filtrat akan semakin sedikit.

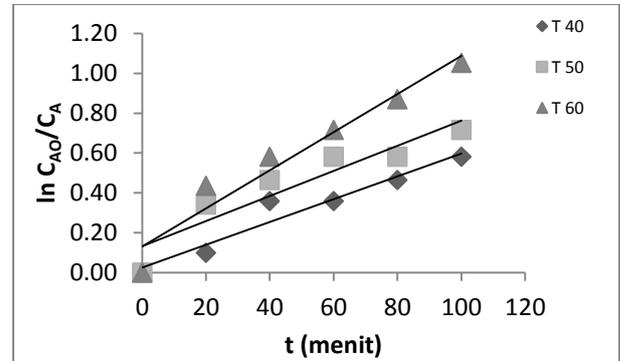
3.3 Pegujian Orde Reaksi Sintesis HA Kinetika Reaksi Sintesis HA Pada Orde Satu ($m = 1$)

Model yang digunakan mengikuti persamaan

$$-\ln \frac{C_{A0}}{C_A} = k't$$

Hasil perolehan nilai konsentrasi kalsium hidroksida terhadap waktu pada persamaan

orde satu berdasarkan variasi kecepatan pengadukan dan temperatur ditunjukkan pada gambar 2 pengaruh variasi temperatur pada pengadukan 100 rpm.



Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi kalsium hidroksida terhadap waktu berdasarkan variasi temperatur

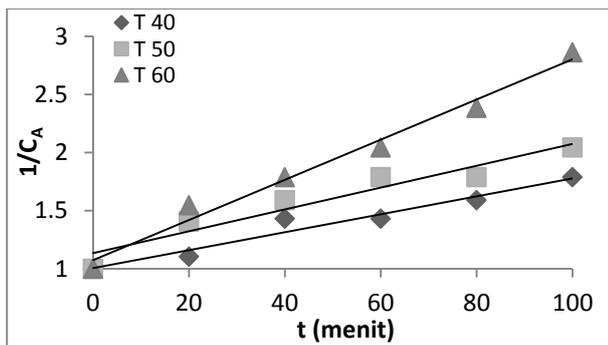
Dapat dilihat pengaruh temperatur pada pengadukan 100 rpm terhadap konsentrasi kalsium hidroksida pada orde satu. Nilai yang diperoleh berdasarkan data dan model menunjukkan perbedaan yang relatif kecil, dengan ralat sekitar 0,8% sampai dengan 4,77%.

Kinetika Reaksi Sintesis HA Pada Orde Dua ($m = 2$)

Untuk memperoleh nilai konsentrasi kalsium hidroksida pada orde dua berdasarkan variasi temperatur dan pengadukan digunakan persamaan

$$\frac{1}{C_A} - \frac{1}{C_{A0}} = k't$$

Nilai kalsium hidroksida orde dua data dan model dengan variasi suhu pada pengadukan 100 rpm memiliki perbedaan yang cukup jauh dimana ralat yang dihasilkan antara 0,85% sampai dengan 19,1%. Ralat pada orde dua lebih besar dibandingkan ralat pada orde satu, maka dapat disimpulkan bahwa kinetika reaksi sintesis HA dari tulang sapi dapat mengikuti persamaan *pseudo first order* ataupun *pseudo second order* dengan ralat 0,8% sampai dengan 4,77%.



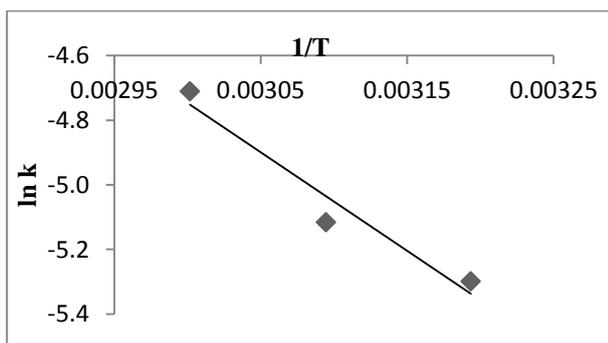
Gambar 3. Hubungan antara konsentrasi kalsium hidroksida terhadap waktu berdasarkan variasi temperatur

Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi

Dengan naiknya temperatur reaksi, maka suplai energi yang dibutuhkan untuk melakukan suatu reaksi juga akan bertambah. Hal ini sesuai dengan persamaan *Arrhenius* yang menyatakan temperatur berbanding lurus dengan konstanta kecepatan reaksi. Dengan memplotkan harga $\ln k'$ terhadap $1/T$ maka akan didapat nilai k' *overall* berdasarkan persamaan *Arrhenius*

$$k = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)$$

Gambar yang akan dihasilkan merupakan sebuah grafik lurus seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.4, hingga didapat nilai $k' = 82,43e^{-(25382,64/RT)}$ dengan ralat sebesar 5,31% ($R^2 = 0,946$)



Gambar 4. Grafik hubungan $\ln k'$ terhadap $1/T$ pada pengadukan 100 rpm mengikuti persamaan orde satu

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Kinetika reaksi sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode presipitasi

mendekati persamaan *pseudo first order* dengan ralat sebesar 0,8% sampai dengan 4,77%.

2. Berdasarkan pengaruh variasi temperatur dan pengadukan maka hasil minimum diperoleh pada temperatur 40°C yaitu nilai konstanta kecepatan reaksi sebesar 0,005 menit^{-1} dan hasil maksimum diperoleh pada temperatur 60°C yaitu nilai konstanta kecepatan reaksi sebesar 0,005 menit^{-1} .
3. Nilai konstanta kecepatan reaksi pada kisaran temperatur percobaan yaitu setiap rentang 10°C dapat didekati dengan persamaan *Arrhenius* dan diperoleh nilai sebesar.

$$k = 82,43e^{-(25382,64/RT)} \text{ pada pengadukan } 100\text{rpm}$$

5. Daftar Pustaka

- Cao, L., Chuan-Bo, Z dan Jian- Feng, H. (2005). *Synthesis Of Hydroxyapatite Nanoparticles In Ultrasonic Precipitation. Ceramics International*, 31 : 1041–1044.
- Ooi, C. Y., Hamdi, M dan Ramesh, S. (2007). *Properties of Hidroksiapatite Produced by Annealing of Bovine Bone. Ceramics International*. 33 : 1171 – 1177.
- Pinangsih, A. C., Sri, W dan Darjito. (2014). *Sintesis Biokeramik Hidroksiapatit (Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂) Dari Limbah Tulang Sapi Menggunakan Metode Sol-Gel. Kimia Student Journal*. 1 (2) : 203-209.
- Pudjiastuti, A. R. (2012). *Preparasi Hidroksiapatit Dari Tulang Sapi Dengan Metode Kombinasi Ultrasonik Dan Spray Drying. Tesis. Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Jakarta*.
- Sadat-Shojai, M., Mohammad-T, K dan Ahmad, J. (2012). *Hydrothermal Processing of Hydroxyapatite Nanoparticles–A Taguchi Experimental Design Approach. Journal of Crystal Growth*. 361: 73-84.
- Suryadi. (2011). *Sintesis Dan Karakteristik Biomaterial Hidroksiapatit Dengan Proses Pengendapan Kimia Basah. Tesis. Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok*.