

KINETIKA REAKSI PADA SINTESIS HIDROKSIAPATIT DENGAN METODE PRESIPITASI

Fakhri Saputra¹, Ahmad Fadli², Amun Amri²

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

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

Fakhrisaputra_tk@yahoo.com

ABSTRACT

Hydroxyapatite is a ceramic material that used in biomedic especially for bone and tooth implant. Hydroxyapatite can be synthesized by precipitation method. The aims of this research is determining reaction kinetic of hydroxyapatite synthesis by precipitation method with variables of temperature and stirring rate. The research was started by dissolving 8,27 grams of CaO in 200 mL of aquadest. Subsequently the dissolution was titrated with phosphoric acid 1,8 M while heated with temperature variation of 40°C, 50°C and 60°C, also stirring rate of 100 rpm, 200 rpm and 300 rpm. Samples were taken in every 20 minutes by 20 mL and aging for 24 hours in freezer. Then sample was filtered by using filter paper, and the filtrate was analyzed by complexometric titration technique. The result shows that the reaction kinetic follows pseudo second order equation and constants of reaction rate increases with increasing temperature following equation of $k = 66,88e^{-(25819,13 / RT)}$, $k = 10,64e^{-(18812,92 / RT)}$ and $k = 167,80e^{-(24824,77 / RT)}$ for stirring rate of 100 rpm, 200 rpm, and 300 rpm. Constants of reaction rate at 100 rpm is $0,0056 \text{ min}^{-1}$ and increases to $0,0222 \text{ min}^{-1}$ when the stirring speed increased to 300 rpm at 60°C.

Key words : ceramic, hydroxyapatite, reaction kinetic, precipitation

1. Pendahuluan

Kerusakan jaringan tubuh oleh berbagai kelainan, penyakit, kecelakaan, maupun bencana alam dapat menyebabkan kecacatan struktur tubuh yang akan menimbulkan gangguan terhadap fungsi tubuh. Oleh karena itu diperlukan suatu restorasi untuk perbaikan jaringan tubuh, sehingga dapat kembali berfungsi dengan baik. Penambahan atau penggantian dengan bahan biomaterial merupakan salah satu cara memperbaiki struktur tubuh yang rusak [Sedyono dan Tontowi, 2008].

Kebutuhan bahan-bahan biomaterial akhir-akhir ini mengalami peningkatan pada

kasus kerusakan tulang. Peningkatan jumlah penderita kerusakan tulang di Indonesia disebabkan oleh *osteoporosis*, kecelakaan lalu lintas dan kanker tulang. Salah satu bahan biomaterial yang dikembangkan sekarang ini adalah hidroksiapatit. Hidroksiapatit memiliki fungsi yang begitu banyak sehingga penting untuk diteliti baik dari cara mensintesis maupun data kinetika reaksinya. Hal ini dikarenakan untuk mensintesis hidroksiapatit dibutuhkan sebuah reaktor yang tepat sehingga menghasilkan hidroksiapatit yang baik. Namun untuk merancang reaktor tersebut perlu diketahui atau didapatkan data-data kinetika seperti

temperatur reaksi, waktu reaksi, dan laju reaksi, karna data tersebut sangat diperlukan dalam perancangan reaktor.

Tujuan dari penelitian ini adalah Mempelajari pengaruh temperatur dan kecepatan pengadukan terhadap pengurangan konsentrasi kalsium hidroksida pada sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi dan menentukan kinetika reaksi sintesis hidroksiapatit pada variasi temperatur dan kecepatan pengadukan.

Hidroksiapatit dengan rumus kimia $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ merupakan komponen mineral utama penyusun jaringan keras (*hard tissue*) tubuh manusia seperti tulang, dentin dan gigi yang dikenal dengan garam kalsium fosfat [Shojai dkk, 2012]. Mensintesis hidroksiapatit dapat dilakukan dengan berbagai metode salah satunya adalah presipitasi. Presipitasi merupakan reaksi asam-basa yang menghasilkan padatan kristalin yang hasilnya berupa garam dan air [Purwasasmita dan Gultom, 2008]. Beberapa kelebihan dari presipitasi dalam sintesa hidroksiapatit adalah reaksi kimia yang relatif sederhana serta ukuran dan homogenitas ukuran partikel yang didapat cenderung cukup baik, tingkat homogenitas partikel yang baik, komposisi yang tinggi dapat dicapai dengan mudah pada suhu rendah, ekonomis, dan proses yang sederhana [Wahdah dkk, 2014].

Kinetika reaksi merupakan cabang ilmu yang mempelajari reaksi kimia secara kuantitatif dan juga mempelajari faktor-faktor yang mempengaruhinya, dimana beberapa faktor yang mempegaruhi kinetika reaksi adalah :

a. Temperatur reaksi

Temperatur dapat mempengaruhi laju reaksi, yang dimana pada umumnya apabila temperatur dinaikkan maka reaksi akan berlangsung lebih cepat. Secara sistematis hubungan antara nilai tetapan laju reaksi (k) terhadap suhu dapat dinyatakan dengan persamaan *Arrhenius* :

$$k = A e^{-\frac{E_a}{RT}}$$

b. Kecepatan pengadukan

Kecepatan pengadukan akan berpengaruh terhadap laju reaksi, hal ini disebabkan karena pengadukan akan mempercepat terjadinya tumbukan antar partikel reaktan sehingga memaksimalkan laju reaksi.

c. Konsentrasi reaktan

Konsentrasi dapat mempengaruhi laju reaksi. Konsentrasi yang tinggi menyebabkan banyaknya partikel sehingga memungkinkan lebih banyak tumbukan, dan itu membuka peluang semakin banyak tumbukan efektif yang menghasilkan perubahan reaktan terkonversi menjadi produk.

2. Metode Penelitian

Bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kalsium oksida (CaO) (Merck, Jerman) sebagai sumber kalsium, asam fosfat (H_3PO_4) (Merck, Jerman) sebagai sumber fosfat. Aquades sebagai pelarut, buffer pH 10, indikator eriochrom black T (EBT) dan etilendiamina tetra asetat (EDTA) 0,1 M.

Alat yang dipakai

Alat-alat yang digunakan adalah timbangan analitik (Electric Scale, Indonesia), *furnace* (Nabertherm, Jerman), *rotary stirrer* (Heidolph, Jerman), *hot plate*, oven (Cosmos, Indonesia), *freezeer* (Sanyo, Jepang), *beaker glass*, labu ukur 250 ml, gelas ukur 100 ml, termometer raksa, cawan porselin, buret, statif dan klem, batang pengaduk, kertas saring, pipet volume 20 ml, pipet tetes dan *aluminium foil*.

Variabel Penelitian

Variabel yang akan dilakukan pada penelitian ini terbagi atas variabel tetap dan variabel berubah. Variabel tetap yang digunakan yaitu perbandingan rasio molar

Ca/P berlebih sebesar 1/1,8 M dan waktu *aging* selama 24 jam. Sementara variabel berubah yang digunakan adalah temperatur reaksi yang digunakan 40°C, 50°C, dan 60°C serta kecepatan pengadukan yang digunakan 100 rpm, 200 rpm dan 300 rpm.

Prosedur Penelitian

Penelitian ini melalui beberapa tahapan dalam pengerjaannya, yaitu:

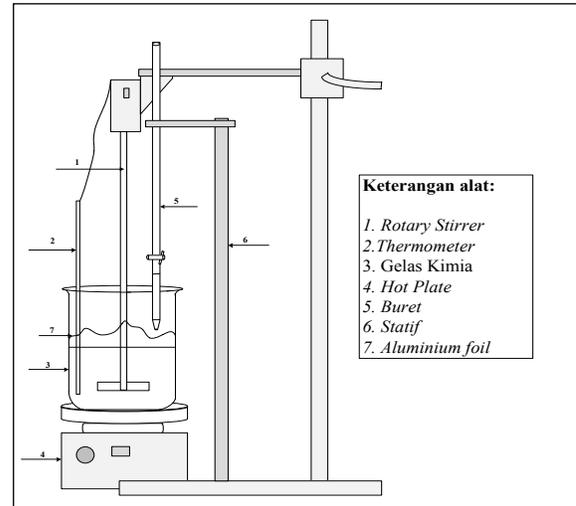
1. Persiapan Larutan Kalsium Hidroksida 1 M dan Asam Fosfat 1,8 M

Larutan kalsium hidroksida 1 M dibuat dengan melarutkan 8,27 gram kalsium oksida (CaO) dengan aquades sebanyak 200 ml. Untuk asam fosfat berdasarkan stoikiometri dibuat 0,6 M namun pada penelitian ini larutan asam fosfat dibuat dengan konsentrasi diperbesar tiga kali dari stoikiometri yaitu 1,8 M. Pembuatannya dengan cara mengencerkan asam fosfat (H₃PO₄) 17,45 M sebanyak 25,80 ml, kemudian ditambahkan aquades sampai 250 ml.

2. Sintesis Hidroksiapatit

Proses sintesis dimulai dengan pembuatan larutan kalsium hidroksida 1 M dengan cara memasukkan 8,27 gram CaO kedalam gelas kimia dan ditambahkan aquades sebanyak 200 ml sambil diaduk. Kemudian dititrasi menggunakan asam fosfat 1,8 M dengan laju alir titrasi 1 ml/menit. Proses titrasi sambil dipanaskan dengan temperatur 40°C diatas *hot plate* dan diaduk menggunakan *stirrer* dengan kecepatan 100 rpm selama 100 menit. Larutan didalam gelas kimia diambil sebanyak 20 ml setiap 20 menit. Kemudian sampel di *aging* di dalam *freezer* selama 24 jam. Selanjutnya endapan yang terbentuk disaring menggunakan kertas saring. Kemudian filtrat (cairan) yang didapatkan diuji menggunakan titrasi kompleksometri untuk menentukan konsentrasi kalsium hidroksida didalamnya. Sementara endapan dikeringkan menggunakan oven pada

temperatur 120°C selama 2 jam dan dikalsinasi dengan temperatur 900°C selama 5 jam. Rangkaian alat sintesis ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rangkaian Alat Sintesis

3. Pengujian Filtrat

Filtrat akan diuji kadar kalsium yang belum terbentuk menjadi produk dengan cara titrasi kompleksometri. Kandungan kalsium dapat dihitung dengan rumus (Rivai,1994) :

$$V_1 M_1 = V_2 M_2$$

Dimana :

V₁ : Volume filtrat (ml)

M₁ : Konsentrasi filtrat (mol)

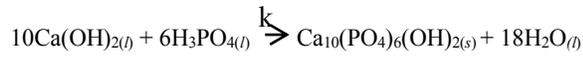
V₂ : Volume EDTA yang digunakan (ml)

M₂ : Konsentrasi EDTA yang digunakan (mol)

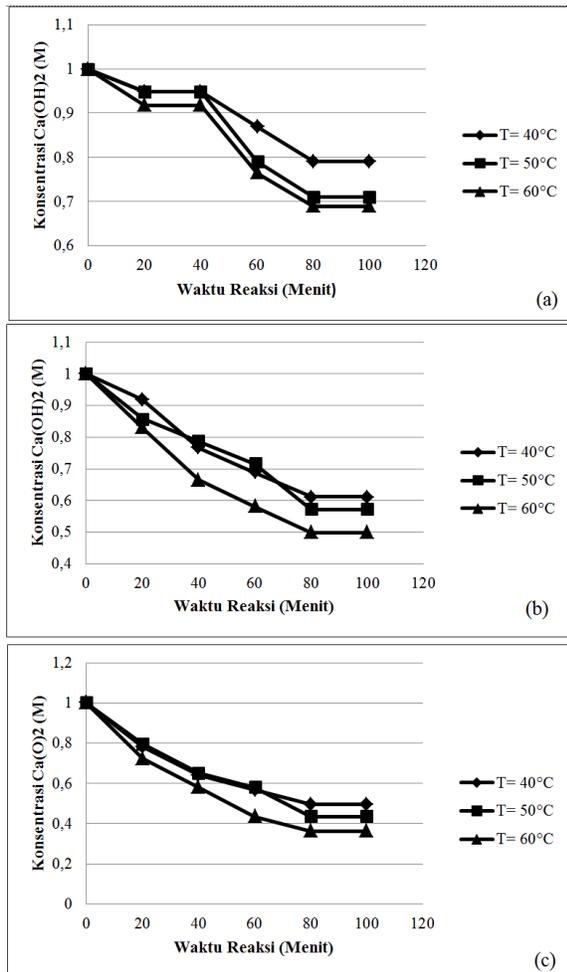
3. Hasil dan Pembahasan

1. Perubahan Konsentrasi Kalsium hidroksida

Kalsium hidroksida dibuat dengan melarutkan CaO dengan aquades dengan konsentrasi awal (C_{AO}) sebesar 1 M. Kalsium hidroksida akan direaksikan dengan asam fosfat sehingga akan terkonversi menjadi hidroksiapatit dengan reaksi sebagai berikut [Santhosh dan Prabu, 2012] :



Konsentrasi kalsium hidroksida akan mengalami pengurangan setiap waktu (C_A) selama proses berlangsung, karena kalsium hidroksida akan bereaksi dengan asam fosfat membentuk hidroksiapatit. Perubahan konsentrasi kalsium hidroksida didalam reaktor setiap waktunya di tunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 3.1 Perubahan Konsentrasi kalsium hidroksida

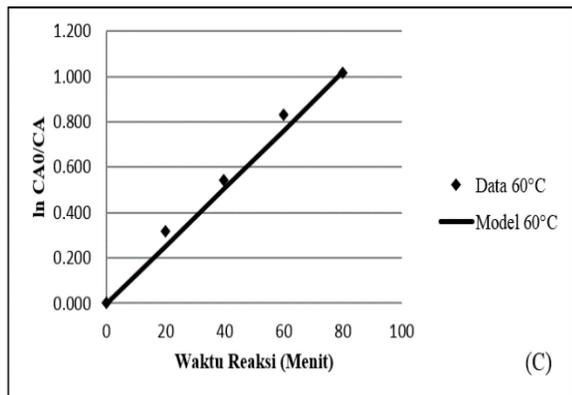
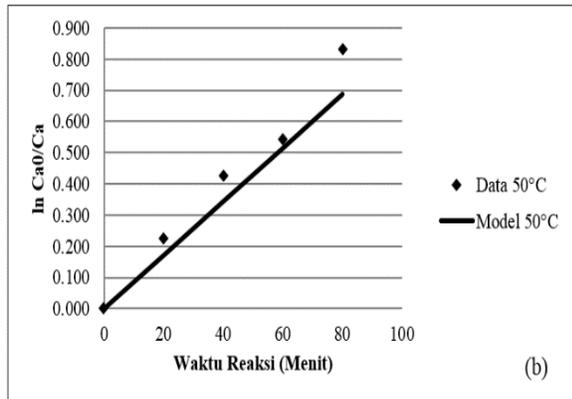
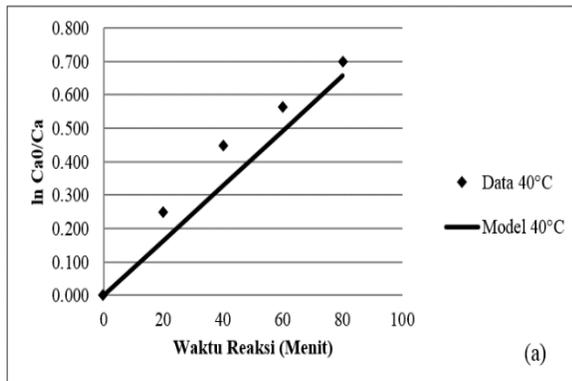
Konsentrasi kalsium hidroksida akan mengalami pengurangan setiap waktu (C_A) selama proses berlangsung, karena kalsium hidroksida akan bereaksi dengan asam fosfat membentuk hidroksiapatit. Perubahan

konsentrasi kalsium hidroksida didalam reaktor setiap waktunya di tunjukkan pada Gambar 3.1, dimana dapat dilihat bahwa waktu reaksi, temperatur reaksi dan kecepatan pengadukan berpengaruh terhadap pengurangan konsentrasi kalsium hidroksida didalam reaktor.

Gambar 3.1 menunjukkan semakin lama waktu sintesis maka jumlah pengurangan konsentrasi kalsium hidroksida semakin besar, hal ini dikarenakan semakin lama waktu kontak antar reaktan untuk bereaksi dan terkonversi membentuk produk (hidroksiapatit). Dengan semakin dinaikkan temperatur sintesis dan ditingkatkannya kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi pengurangan konsentrasi reaktan, dimana temperatur yang tinggi dan kecepatan pengadukan yang tinggi menyebabkan pengurangan konsentrasi reaktan semakin cepat dan pembentukan produk juga menjadi lebih cepat. Hal ini dikarenakan temperatur yang tinggi dapat meningkatkan energi kinetik partikel-partikel reaktan sehingga tumbukan antar partikel untuk bereaksi semakin cepat. Kemudian kecepatan pengadukan yang besar dapat memperbesar frekuensi tumbukan antar partikel reaktan untuk bereaksi membentuk produk serta dapat meningkatkan konstanta reaksi.

2. Pengujian Orde Reaksi Sintesis Hidroksiapatit

Metode yang digunakan pada penelitian ini untuk pengolahan data kinetika reaksi adalah metode integral. Pengujian orde dilakukan dengan membandingkan data dan model. Berikut ditampilkan gambar 3.2 untuk data pengadukan 300 rpm dengan suhu 40°C , 50°C dan 60°C untuk pengujian orde 2.



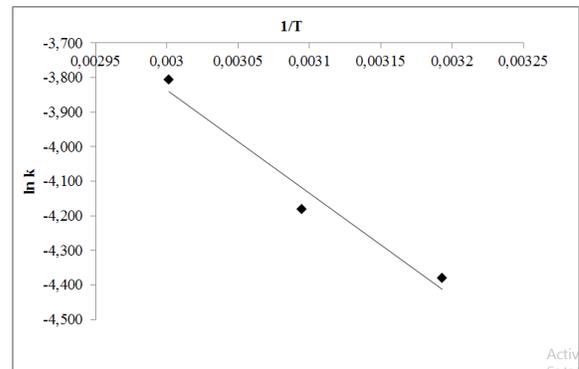
Gambar 3.2 Perbandingan Data dan Model Orde 1 pengadukan 300 rpm.

Berdasarkan Gambar 3.2 terlihat bahwa konsentrasi kalsium hidroksida didalam filtrat pada kecepatan pengadukan 300 rpm dan temperatur 40°C, 50°C dan 60°C pada penelitian ini dibandingkan model yang digunakan menunjukkan ralat sebesar 0,12% sampai 50,71%. Didapatkan ralat yang besar sehingga dilakukan pada uji orde dua. Pada uji orde dua didapatkan ralat berkisar antara 0,60% sampai 10,10%.

Kecilnya persentase kesalahan yang didapat menunjukkan bahwa sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi mengikuti persamaan *pseudo second order*.

3. Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi

Semakin besar temperatur maka nilai dari konstanta reaksi semakin besar, hal ini menunjukkan bahwa temperatur dapat mempengaruhi nilai konstanta reaksi. Kenaikan temperatur yang disertai kenaikan konstanta laju reaksi menyebabkan reaksi berjalan lebih cepat dikarenakan energi kinetik pada partikel semakin besar sehingga memungkinkan terjadinya tumbukan untuk bereaksi. Dengan memplotkan nilai $\ln k$ terhadap $1/T$ maka akan didapatkan nilai k *overall* berdasarkan persamaan *Arrhenius* dimana akan dihasilkan suatu grafik garis lurus seperti ditunjukkan Gambar 3.3.



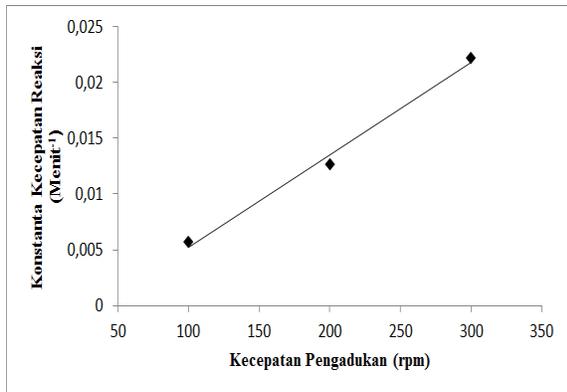
Gambar 3.3 Hubungan ln k Terhadap 1/T Pada Kecepatan Pengadukan 300 rpm Untuk Orde 2

Berdasarkan gambar 3.3 harga konstanta laju reaksi yang didapatkan adalah harga k *overall* yang dengan menggunakan persamaan *Arrhenius* dengan nilai k sebesar $k = 167,80e^{-(24824,77/RT)}$ dengan ralat sebesar 4,13% pada kecepatan pengadukan 300 rpm.

4. Pengaruh Variasi Pengadukan Terhadap Nilai Konstanta Kecepatan Reaksi

Kecepatan pengadukan merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kecepatan reaksi. Data untuk hubungan kecepatan pengadukan terhadap konstanta kecepatan reaksi ditunjukkan pada Gambar 3.4.

Berdasarkan Gambar 3.4 dapat dilihat kecepatan pengadukan yang diperbesar menyebabkan konstanta kecepatan reaksi ikut meningkat, hal ini menunjukkan kecepatan pengadukan dan konstanta kecepatan reaksi berbanding lurus. Pada temperatur 60°C dengan kecepatan pengadukan 100 rpm, 200 rpm dan 300 rpm nilai konstanta reaksi nya berturut-turut adalah 0,0056 menit⁻¹, 0,0127 menit⁻¹ dan 0,0222 menit⁻¹.



Gambar 3.4 Hubungan kecepatan pengadukan terhadap konstanta kecepatan reaksi

4. Simpulan dan Saran

Berdasarkan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa sintesis hidroksiapatit dengan metode presipitasi dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan dan temperatur reaksi. Kinetika reaksi didapatkan mengikuti *pseudo second order* dengan nilai konstanta

kecepatan reaksi dengan pendekatan Arrhenius sebesar $k = 167,80e^{-(24824,77/RT)}$.

Daftar Pustaka

- Purwasasmita, B. S dan Gultom R. S., 2008, *Sintesis dan karakterisasi serbuk hidroksiapatit skala sub-mikron menggunakan metode presipitasi*. Jurnal Bionatura, 2 (10) : 155-167
- Santhosh, S dan Prabu, B. S., 2012, *Thermal stability of nano hydroxyapatite synthesized from sea shells through wet chemical synthesis*. Materials Letters, 97 : 121–124.
- Sedyono, J dan Tontowi, A. E., 2008, *Proses sintesis dan karakterisasi FTIR hidroksiapatit dari gipsum alam Kulon Progo*. Jurnal Media Mesin, 1 (9) : 6-12.
- Shojai, M. S., Khorasani, M. T., Khoshdargi, E. D., Jamshidi, A., 2012, *Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures*. Acta Biomaterialia, 9 : 7591–7621.
- Wahdah, I., Wardhani, S., Darjito., 2014, *Sintesis hidroksiapatit dari tulang sapi dengan metode basah-pengendapan*. Kimia Student Journal, 1 (1) : 92-97