

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KAPASITAS
PENETRALAN ASAM Mg/ Al *HYDROTALCITE* DARI *BRINE WATER*
TIRUAN SEBAGAI SEDIAAN ANTASIDA**



Disusun Oleh :
FAJAR INDAH PUSPITA SARI
M0307042

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi sebagian
persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains
dalam bidang ilmu kimia**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SEBELAS MARET SURAKARTA**

2012

commit to user

HALAMAN PENGESAHAN

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Sebelas Maret Surakarta telah mengesahkan skripsi mahasiswa :

Fajar Indah Puspita Sari NIM M0307042, dengan judul “Sintesis, Karakterisasi
dan Penentuan Kapasitas Penetralkan Asam Mg/Al *hydrotalcite* dari *Brine Water*
Tiruan Sebagai Sediaan Antasida”.

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Eddy Heraldly, M.Si.
NIP. 19640305 200003 1002

Ahmad Ainurofiq, M.Si., Apt.
NIP. 19780319 200501 1003

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Senin

Tanggal : 30 Januari 2012

Anggota Tim Penguji :

1. Drs. Patiha, M.S.
NIP. 19490131 198103 1001

1.....

2. Candra Purnawan, M.Sc.
NIP. 19781228 200501 1001

2.....

Disahkan oleh :

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Ketua Jurusan Kimia

Dr. Eddy Heraldly, M.Si.
NIP. 19640305 200003 1002

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “SINTESIS, KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KAPASITAS PENETRAN ASAM Mg/Al *HYDROTALCITE* DARI *BRINE WATER* TIRUAN SEBAGAI SEDIAAN ANTASIDA” adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Januari 2012

Fajar Indah Puspita Sari

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN PENENTUAN KAPASITAS
PENETRALAN ASAM Mg/Al *HYDROTALCITE* DARI *BRINE WATER*
TIRUAN SEBAGAI SEDIAAN ANTASIDA**

FAJAR INDAH PUSPITA SARI

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Sebelas Maret

ABSTRAK

Sintesis Mg/Al *hydrotalcite* berbahan dasar magnesium dari *brine water* tiruan telah berhasil dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dengan rasio molar Mg/Al 2. Karakterisasi senyawa dilakukan menggunakan XRD menunjukkan ciri *hydrotalcite* pada bidang refleksi d_{003} sekitar 7,55 Å. Hasil karakterisasi menggunakan FT-IR memperlihatkan bilangan gelombang yang mencirikan gugus fungsi yang dimiliki *hydrotalcite* yaitu 3523 cm^{-1} yang merupakan OH *stretching* pada gugus hidroksil dari lembaran-lembaran *hydrotalcite* dan vibrasi asimetri dari CO_3^{2-} bebas terlihat dengan munculnya puncak kuat pada 1359 cm^{-1} . Karakterisasi menggunakan *Simultaneous* TG-DTA menunjukkan puncak endotermis yang menunjukkan terjadinya pelepasan gugus hidroksi pada 41,8°C; 63°C; 277,8°C dan karbonat pada 498,9°C. Luas muka Mg/Al *hydrotalcite* sebesar 120,543 m^2/g dengan jari-jari pori sebesar 28,438 Å menunjukkan daerah mesopori. Serta tidak terdapat logam-logam berbahaya dalam senyawa Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan.

Uji kapasitas penetralan asam pada tiga fraksi H_1 (100- 200 *mesh*), H_2 (200- 250 *mesh*) dan H_3 (< 250 *mesh*), diperoleh 6,33; 6,60 dan 6,71 *meq*. Menunjukkan bahwa ukuran partikel tidak berpengaruh signifikan terhadap kapasitas penetralan.

Kata kunci: sintesis Mg/Al *hydrotalcite*, *brine water* tiruan, antasida, Kapasitas Penetralan Asam (KPA)

**SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND DETERMINATION ACID
NEUTRALIZING CAPACITY OF Mg/Al *HYDROTALCITE* FROM
ARTIFICIAL BRINE WATER AS ANTACID DOSAGE**

FAJAR INDAH PUSPITA SARI

Department of Chemistry, Mathematics and Sciences Faculty, Sebelas Maret
University

ABSTRACT

Synthesis of Mg/Al hydrotalcite using magnesium from artificial brine water has been successfully carried out using coprecipitation method with Mg/Al molar ratio of 2. The characterization of compounds was done by XRD that corresponds hydrotalcite specific reflection at d_{003} about 7.55 Å. The result of using FTIR characterization showed that specific wavenumber the fungsional group that is owned hydrotalcite at 3523 cm^{-1} which is a hydroxyl group OH stretching of hydrotalcite layers and asymmetric vibrations of CO_3^{2-} appears with strength peak at 1359 cm^{-1} . Characterization using Simultaneous TG/DTA showed endothermic peaks indicating the release of the hydroxy group at 41.8 °C; 63 °C; 277.8 °C and carbonate at 498.9 °C. Surface area of Mg/Al hydrotalcite as 120.543 m^2/g with pore radius of 28.438 Å indicates the mesoporous region. And there are no harmful metals compound in the Mg/Al hydrotalcite of artificial brine water.

Acid Neutralizing Capacity (ANC) test on three fraction H_1 (100- 200 *mesh*), H_2 (200- 250 *mesh*) dan H_3 (< 250 *mesh*), showed 6.33, 6.60 and 6.71 *meq*. That showed that particle size had no significant effect on neutralization capacity.

Keyword: synthesis of Mg/Al hydrotalcite, artificial brine water, antacid, Acid Neutralizing Capacity (ANC).

MOTTO

Tunjuki kami jalan yang lurus (Al- Fatihah: 6)

Dan kami kuatkan kerajaanya, dan kami berikan hikmah kepadanya, serta kebijaksanaan dalam memutuskan perkara (Sad: 20)

Pencarian akan kebenaran adalah sesuatu yang gampang-gampang sukar, karena jelas bahwa tiada seorangpun yang dapat menguasainya secara sempurna atau pun tidak menemukannya sama sekali. Namun sesungguhnya, masing-masing kita memberi sedikit tambahan pada pengetahuan kita akan alam, dan dari semua fakta yang terangkai barulah muncul secercah keagungan yang mempesona. (Aristoteles)



PERSEMBAHAN

Kupersembahkan karya ini pada:

Ayah dan Ibu tercinta

Kakak dan adikku: Surya Utami Ningsih, S. Si dan

Muhammad Ghufron Faza

Sahabat-sahabat ku

Almamater UNS

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis, Karakterisasi dan Penentuan Kapasitas Penetralan Asam Mg/Al *hydrotalcite* dari *Brine Water* Tiruan Sebagai Sediaan Antasida” sebagai salah satu persyaratan mencapai gelar Sarjana Sains Kimia dari Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret.

Skripsi ini tidak akan selesai tanpa adanya bantuan dari banyak pihak, karena itu pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Eddy Heraldly, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNS dan sebagai pembimbing I.
2. Bapak Ahmad Ainurofiq, M.Si., Apt. selaku Ketua Program Studi Farmasi FMIPA UNS dan sebagai pembimbing II.
3. Bapak M. Widyo Wartono, M.Si, selaku Pembimbing Akademik.
4. Bapak I.F. Nurcahyo, M.Si. selaku Ketua Lab Kimia Dasar FMIPA UNS.
5. Ketua UPT Laboratorium Pusat MIPA Universitas Sebelas Maret
6. Ketua Lab Kimia Analitik FMIPA UGM.
7. Bapak/Ibu Dosen pengajar dan semua staf jurusan Kimia FMIPA UNS.
8. Keluargaku atas doa dan dukungannya.
9. Teman-teman *team* penelitian: Muh. Yanwar Prasetyo, S.Si, Meirina Kusumaningtyas, Eka Fitriani Ahmad, Hidayat Jati, S. Si dan Dwi Wahyuni.
10. Teman-teman mahasiswa kimia angkatan 2007
11. Keluarga besar Ikatan Mahasiswa Muhammadiyah (IMM) komisariat Ki Bagus Hadikusumo UNS
12. Keluarga besar Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAMIA) FMIPA UNS
13. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa laporan penelitian ini masih sangat jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis senantiasa mengharapkan saran dan kritik yang membangun bagi kesempurnaan laporan penelitian ini. Penulis berharap semoga laporan penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi semua pihak.



Surakarta, Januari 2012

Fajar Indah Puspita Sari

DAFTAR ISI

| | |
|---------------------------------|------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii |
| HALAMAN PERNYATAAN | iii |
| HALAMAN ABSTRAK | iv |
| HALAMAN <i>ABSTRACT</i> | v |
| HALAMAN MOTTO | vi |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | vii |
| KATA PENGANTAR | viii |
| DAFTAR ISI | x |
| DAFTAR TABEL | xiii |
| DAFTAR GAMBAR | xiv |
| DAFTAR LAMPIRAN | xv |
| BAB I. PENDAHULUAN | 1 |
| A. Latar Belakang Masalah | 1 |
| B. Perumusan Masalah | 2 |
| 1. Identifikasi Masalah | 2 |
| 2. Batasan Masalah | 4 |
| 3. Rumusan Masalah | 4 |
| C. Tujuan Penelitian | 5 |

| | |
|---|----|
| D. Manfaat Penelitian | 5 |
| BAB II. LANDASAN TEORI | 6 |
| A. Tinjauan Pustaka | 6 |
| 1. Pengolahan Air Laut dan Komposisi <i>Brine Water</i> | 6 |
| 2. Struktur dan sifat <i>Hydrocalcite</i> | 8 |
| 3. Metode Sintesis <i>Hydrocalcite</i> | 10 |
| 4. Pengendapan Ca^{2+} dari <i>Brine Water</i> | 11 |
| 5. Sintesis <i>Hydrocalcite</i> Menggunakan Magnesium dari Air Laut | 12 |
| 6. Karakterisasi dan Analisis | 13 |
| 7. Antasida | 19 |
| 8. Karakteristik Serbuk..... | 20 |
| 9. Kapasitas Penetralkan Asam (KPA)..... | 21 |
| B. Kerangka Pemikiran | 21 |
| C. Hipotesis | 23 |
| BAB III. METODOLOGI PENELITIAN | 24 |
| A. Metode Penelitian | 24 |
| B. Tempat dan Waktu Penelitian | 24 |
| C. Alat dan Bahan | 24 |
| D. Prosedur Penelitian | 25 |
| 1. Pembuatan <i>brine water</i> tiruan dan pengujian kadar ion..... | 25 |
| 2. Pengendapan ion Ca dalam <i>brine water</i> tiruan | 25 |

| | |
|--|----|
| 3. Sintesis Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | 26 |
| 4. Karakterisasi Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | 26 |
| 5. Distribusi ukuran partikel | 26 |
| 6. Penentuan Kapasitas Penetralan Asam (KPA)..... | 27 |
| E. Teknik Pengumpulan Data | 27 |
| F. Teknik pengumpulan Data | 28 |
| BAB IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN | 29 |
| A. Sintesis Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> dari <i>Brine Water</i> Tiruan | 29 |
| B. Karakterisasi Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> Hasil Sintesis..... | 30 |
| 1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) | 31 |
| 2. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR) | 32 |
| 3. <i>Thermogravimetric/ Differential Thermal Analysis</i> | 34 |
| 4. <i>Surface Area Analyzer</i> (SAA)..... | 36 |
| 5. <i>X- Ray Fluorescence</i> (XRF) | 37 |
| C. Penentuan Nilai Kapasitas Penetralan Asam..... | 39 |
| BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN | 43 |
| A. Kesimpulan | 41 |
| B. Saran | 42 |
| DAFTAR PUSTAKA | 43 |
| LAMPIRAN | 48 |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 1. Komposisi salinitas air laut | 6 |
| Tabel 2. Perbandingan komposisi kimia air laut dan <i>brine water</i> | 8 |
| Tabel 3. Hasil AAS pada pengendapan Ca menggunakan berbagai formulasi Buffer | 12 |
| Tabel 4. Nilai refleksi bidang Mg/Al <i>hydrotalcite</i> hasil sintesis | 31 |
| Tabel 5. Gugus fungsi Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | 33 |
| Tabel 6. Data analisa permukaan Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | 36 |
| Tabel 7. Hasil analisa XRF Mg/Al <i>hydrotalcite brine water</i> tiruan | 38 |
| Tabel 8. Nilai KPA Mg/Al <i>hydrotalcite</i> dan antasida komersial | 40 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 1. Struktur: a. tipe <i>brucite</i> ; b. <i>hydrotalcite</i> ; c. komposisi atom | 9 |
| Gambar 2. Representasi skematis struktur senyawa <i>brucite</i> | 9 |
| Gambar 3. Skema struktur senyawa <i>hydrotalcite</i> | 10 |
| Gambar 4. TG/DTA Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | 16 |
| Gambar 5. Difraktogram Mg/Al <i>hydrotalcite</i> hasil sintesis..... | 31 |
| Gambar 6. Spektra inframerah | |
| (a) Mg/Al <i>hydrotalcite</i> standar (Sharma <i>et. al.</i> , 2007) | |
| (b) Mg/Al <i>hydrotalcite</i> hasil sintesis | 33 |
| Gambar 7. Analisis termal Mg/Al <i>hydrotalcite</i> DTA dan TGA | 35 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|--------------|--|----|
| Lampiran 1. | Analisa AAS Pengendapan Ca^{2+} <i>Brine Water</i> Tiruan | 48 |
| Lampiran 2. | Perhitungan Sintesis Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | 49 |
| Lampiran 3. | Skema Pembuatan Larutan Awal (<i>Brine Water</i> Tiruan)..... | 51 |
| Lampiran 4. | Skema Sintesis Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> | 52 |
| Lampiran 5. | Skema Penentuan Kapasitas Penetralan Asam..... | 53 |
| Lampiran 6. | Hasil Analisa FT-IR | 54 |
| Lampiran 7. | Hasil Analisa XRD | 55 |
| Lampiran 8. | JCPDS Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ | 56 |
| Lampiran 9. | Perhitungan Kemurnian Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> | 58 |
| Lampiran 10. | Hasil Analisa Permukaan Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> | 59 |
| Lampiran 11. | Hasil Analisa Termal Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> | 62 |
| Lampiran 12. | Hasil Analisa Kandungan Logam | 63 |
| Lampiran 13. | Pembuatan Larutan Uji Mg/Al <i>Hydrotalcite</i> | 64 |
| Lampiran 14. | Perhitungan Nilai KPA | 65 |

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Air laut merupakan salah satu sumber alami yang dapat dijadikan air bersih. Untuk keperluan industri seperti halnya Pembangkit Listrik Tenaga Uap (PLTU) dalam operasionalnya banyak menggunakan air proses (*service water*) dan atau air demin (*demin water*). Demi memenuhi kebutuhan air yang relatif besar ini, PLTU dibangun dipinggir laut dan menyediakan unit desalinasi. Bila unit desalinasi menggunakan *Reverse Osmose (RO) membrane*, hanya 40% air laut dapat diubah menjadi air bersih, sementara sisanya sebanyak 60% yang disebut *brine water* dikembalikan lagi ke laut sebagai limbah. Padahal, *brine water* tersebut mengandung logam alkali dan alkali tanah dalam konsentrasi yang tinggi (Herald, 2010), sehingga sangat disayangkan jika tidak dimanfaatkan.

Hydrotalcite termasuk jenis lempung anionik yang dikenal pula sebagai *layered double hydroxides*, memiliki rumus umum:



dimana M^{2+} = kation divalen (Mg, Zn, Cu, Co, Ni) dan M^{3+} = kation trivalen (Al, Cr, Fe). A^{n-} merupakan anion yang mengisi *interlayer* (OH^- , Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-}) yang disebabkan oleh adanya muatan positif pada permukaan *hydrotalcite*. Muatan pada permukaan dinyatakan sebagai b dan m sebagai jumlah molekul air pada *interlayer*nya. Muatan positif pada permukaan ini ditimbulkan oleh adanya substitusi anion divalen oleh anion trivalen yang sering disebut sebagai substitusi *isomorphous* (Hickey *et al.*, 2000).

Komposisi kimia *brine water* hasil desalinasi tergantung komposisi kimia air lautnya terutama dipengaruhi oleh keberadaan enam ion utama, yaitu : ion Cl^- , Na^+ , SO_4^{2-} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , dan K^+ (Anderson, 2003). Salah satu logam alkali tanah yang terkandung dalam *brine water* adalah magnesium dalam konsentrasi tinggi. Logam atau senyawa magnesium sering digunakan sebagai bahan untuk membuat senyawa Mg/Al *hydrotalcite*. Kameda *et al.*(2000) telah membuat Mg/Al

hydrotalcite dari magnesium yang berasal dari air laut tiruan (*artificial seawater*). Dengan demikian, adanya kandungan ion magnesium dalam *brine water* dapat dimanfaatkan untuk sintesis Mg/Al *hydrotalcite*. Heraldry *et al.*(2010) telah mensintesis Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan, dan mengaplikasikannya sebagai adsorben zat warna. Aplikasi lain dari *hydrotalcite* yaitu sebagai bahan aktif untuk obat (antasida) maupun sebagai bahan tambahan (eksipien) yaitu sebagai penstabil formulasi obat-obatan dan kosmetik (Xu *et al.*, 2001; Ooishi *et al.*, 1993; Ueno and Kubota, 1987).

Antasida merupakan obat yang menetralkan asam lambung sehingga berguna untuk menghilangkan nyeri tukak peptik. Antasida umumnya merupakan basa lemah. Senyawa oksid-aluminium (basa lemah) yang merupakan salah satu bahan aktif pada antasida sukar untuk meninggikan pH lambung lebih dari 4, sedangkan basa yang lebih kuat seperti magnesium hidroksida secara teoritis dapat meninggikan pH sampai 9 (Anonim, 2007). Kekuatan antasida dalam menetralkan asam lambung dinyatakan dengan nilai Kapasitas Penetralkan Asam (KPA). Untuk mempelajari aplikasi *hydrotalcite* sebagai sediaan antasida, maka diperlukan studi mengenai Kapasitas Penetralkan Asam (KPA) menggunakan senyawa Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan.

B. Perumusan Masalah

1. Identifikasi Masalah

Di dalam *brine water* terdapat ion Ca^{2+} dan ion Mg^{2+} yang memiliki sifat kimia yang mirip. Apabila ion Ca^{2+} tidak dihilangkan maka akan menjadi ion pengganggu terbentuknya Mg/Al *hydrotalcite*. Menurut Kameda (2000) penghilangan ion Ca^{2+} dapat dilakukan dengan proses pengendapan dengan larutan buffer Na_2CO_3 dan NaHCO_3 .

Hydrotalcite dapat disintesis dengan berbagai metode seperti elektrokimia, stoikiometri, pertukaran ion maupun secara kopresipitasi (Hickey, 2001). Metode kopresipitasi disebut juga metode pengendapan, selain mudah pada metode

tersebut tidak ditemui kesulitan dalam pencegahan kontaminasi dari karbon dioksida pada daerah interlayer. Sedangkan keberadaan CO_3^{2-} dapat mempercepat proses kristalisasi *hydrotalcite* (Kang *et al.*, 2005) dan segera bergabung terikat kuat pada interlayer (Newman and Jones, 1998). Pada metode kopresipitasi, semua kation mengendap secara simultan dalam rasio mol sesuai dengan rasio mol awalnya.

Untuk meningkatkan daya guna Mg/Al *hydrotalcite* dalam aplikasinya sebagai sediaan antasida, maka kebasaaan dari Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis perlu dipertimbangkan. Jika rasio molar Mg/Al tidak dibatasi akan menyebabkan Mg/Al *hydrotalcite* tidak terkristalisasi dengan baik dan kemurniannya menjadi rendah. Kebasaan Mg/Al *hydrotalcite* tergantung pada perbandingan molar Mg/Al makin banyak kandungan MgO maka makin bersifat basa. Rasio molar Mg/Al *hydrotalcite* yang banyak digunakan adalah antara 2-4. Berdasarkan penelitian sebelumnya kondisi optimum untuk sintesis Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan dicapai dengan rasio Mg/Al = 2,0 (Herald, 2010).

Salah satu aplikasi penting *hydrotalcite* adalah sebagai bahan aktif untuk obat (antasida). Secara kuantitatif, kemampuan antasida dibandingkan berdasarkan Kapasitas Penetralan Asam (KPA), dimana semakin besar nilai KPA maka kemampuan antasida tersebut semakin baik. Faktor-faktor yang mempengaruhi KPA diantaranya adalah zat aktif, kelarutan zat aktif, struktur kristal, *suspending agent*, dan bentuk sediaan. Gunawan (2008) menyebutkan bahwa modifikasi karakter fisika berupa ukuran partikel dapat meningkatkan nilai KPA *hydrotalcite*. Kecenderungan yang terjadi menunjukkan ketika ukuran partikel semakin kecil akan memberikan nilai KPA yang semakin besar. Sehingga perlu adanya penetapan rentang distribusi partikel agar dapat dipelajari pengaruh modifikasi ukuran partikel terhadap nilai KPA Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan. Ukuran distribusi partikel H₁ (< 250 mesh), H₂ (250 mesh- 200 mesh) dan H₃ (200 mesh- 100 mesh) dipilih karena, ukuran tersebut paling mendekati distribusi partikel yang digunakan oleh Gunawan (2008) dalam penelitiannya, sehingga dapat dibandingkan potensi penetralan asam *hydrotalcite* komersial dengan Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan.

Material yang akan digunakan sebagai bahan untuk sediaan farmasi harus dibandingkan dengan standar secara farmasi. Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis dari *brine water* tiruan adalah material baru yang akan digunakan untuk bahan sediaan antasida. Sebagai material baru yang akan digunakan untuk bahan sediaan antasida perlu adanya standar, oleh karenanya kemampuan material hasil sintesis ini perlu dibandingkan dengan produk yang telah terstandar secara farmasi.

2. Batasan Masalah

- a. Ion Ca^{2+} sebagai pengotor pada sintesis Mg/Al *hydrotalcite* sehingga dilakukan pengendapan terhadap ion Ca^{2+} dalam *brine water* tiruan dengan penambahan larutan buffer Na_2CO_3 dan NaHCO_3 (Kameda *et al.*, 2000).
- b. Metode yang digunakan dalam sintesis *hydrotalcite* dari *brine water* adalah kopresipitasi, dengan rasio Mg/Al = 2 (Herald *et al.*, 2010).
- c. Rentang distribusi partikel yang digunakan adalah H_1 (< 250 mesh), H_2 (250 mesh -200 mesh), H_3 (200 mesh-100 mesh).
- d. Metode penentuan kapasitas penetralan asam adalah dengan titrasi menggunakan NaOH 0,1 M pada pH 3,5 (Anonim, 2009).
- e. Antasida dan *hydrotalcite* pembanding yang digunakan sebagai kontrol adalah salah satu merek antasida komersial dan *hydrotalcite* komersial yang terstandarisasi secara farmasi.

3. Rumusan Masalah

Dari pembatasan masalah, maka dapat dirumuskan beberapa masalah sebagai berikut:

- a. Bagaimanakah hasil sintesis dan karakter Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan?
- b. Bagaimana pengaruh ukuran distribusi partikel terhadap Kapasitas Penetralan Asam (KPA) Mg/Al *hydrotalcite*?
- c. Bagaimanakah kemampuan penetralan asam dari Mg/Al *hydrotalcite* *brine water* tiruan dibandingkan dengan salah satu merek antasida dan *hydrotalcite* komersial yang terstandarisasi secara farmasi?

C. Tujuan Penelitian

- a. Melakukan sintesis dan karakterisasi Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan.
- b. Mempelajari pengaruh distribusi ukuran partikel terhadap nilai Kapasitas Penetralkan Asam (KPA).
- c. Mengetahui perbandingan nilai KPA Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan dengan salah satu merek antasida dan *hydrotalcite* komersial yang terstandarisasi secara farmasi.

D. Manfaat Penelitian

- a. Memberi alternatif pembuatan sediaan antasida berupa Mg/Al *hydrotalcite* yang berbahan dasar magnesium dari *brine water* tiruan dan mengetahui karakter kimianya.
- b. Menambah informasi mengenai pengaruh distribusi ukuran partikel Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan terhadap Kapasitas Penetralkan Asam (KPA).
- c. Menambah informasi mengenai perbandingan nilai KPA Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan dengan salah satu merek antasida dan *hydrotalcite* komersial yang terstandarisasi secara farmasi.

BAB II LANDASAN TEORI

A. Tinjauan Pustaka

1. Pengolahan Air Laut dan Komposisi *Brine Water*

a. Komposisi Kimia Air Laut

Komposisi kimia air laut hampir selalu konstan di wilayah manapun. Dalam 1000 gram air laut, mengandung 965 gram air, terdapat juga sejumlah komponen garam-garam terlarut (salinitas) sebanyak 35 gram. Dari kadar salinitas tersebut, terdapat beberapa ion-ion utama. Menurut Anderson (2003), salinitas air laut dipengaruhi oleh ion-ion seperti pada tabel berikut:

Tabel 1. Komposisi salinitas air laut (Anderson, 2003)

| Ion-ion | Kadar dalam ‰ berat | Proporsi salinitas total |
|---|---------------------|--------------------------|
| Klorida (Cl ⁻) | 19,345 | 55,03 |
| Natrium (Na ⁺) | 10,752 | 30,59 |
| Sulfat (SO ₄ ²⁻) | 2,701 | 7,68 |
| Magnesium (Mg ²⁺) | 1,295 | 3,68 |
| Kalsium (Ca ⁺) | 0,416 | 1,18 |
| Kalium (K) | 0,390 | 1,11 |
| Bikarbonat (HCO ³⁻) | 0,145 | 0,41 |
| Bromida (Br ⁻) | 0,066 | 0,19 |
| Borat (BO ₃ ²⁻) | 0,027 | 0,08 |
| Stronsium (Sr ²⁺) | 0,013 | 0,04 |
| Fluoride (F ⁻) | 0,001 | 0,003 |
| Lainya | <0,001 | <0,001 |

b. Proses Desalinasi Air Laut

Proses desalinasi air laut adalah proses penghilangan garam-garam atau pengurangan kadar garam yang ada pada air laut. Hasil dari suatu proses desalinasi dapat dibagi menjadi dua bagian, yaitu air yang memiliki kadar garam rendah yang disebut dengan *treated water* atau *product water*, sedangkan yang

lainnya adalah air dengan kadar garam lebih tinggi dari pada aslinya yang disebut dengan konsentrat *brine* atau konsentrat saja. Menurut Younos *et al.*(2005) ada tiga teknologi yang digunakan dalam proses desalinasi, yaitu teknologi membran, teknologi termal (destilasi) dan pendekatan kimiawi. Pemilihan teknologi untuk desalinasi ini sangat tergantung pada situasi dan kondisi yang ada. Dalam penelitian ini, akan difokuskan pada *brine water* hasil proses dengan menggunakan teknologi membran dengan sistem osmosis balik (*reverse osmose*).

Osmosis balik adalah suatu proses fisika yang menggunakan fenomena osmosis, yaitu perbedaan tekanan osmotik antara air garam dengan air murni untuk menghilangkan garam-garam dari air laut. Dalam proses osmosis balik ini, suatu tekanan yang lebih besar dari tekanan osmotik diaplikasikan pada air laut untuk membalikkan aliran melalui pori-pori membran sintesis sehingga dihasilkan air murni (*freshwater*). Kemampuan proses osmosis balik ini dapat mencapai 45.000 mg/L padatan terlarut total (*Total Dissolved Solid*). Dengan kemampuannya ini maka teknologi membran osmosis balik sangat sesuai digunakan untuk menghilangkan garam-garam yang terdapat pada air laut.

c. Komposisi *Brine Water*

Dalam proses desalinasi, hanya 40% air laut dapat diubah menjadi air bersih, sementara sebanyak 60% yang disebut *brine water* dikembalikan lagi ke laut sebagai limbah. Dalam 1000 gram air laut, selain air dengan jumlah sebanyak 965 gram (96,5%), juga mengandung beberapa komponen garam-garam terlarut sebanyak 35 gram (3,5%). Lebih dari 99 % adanya salinitas ini karena keberadaan enam ion utama dalam air laut, yaitu: ion klorida (Cl^-), ion natrium (Na^+), ion sulfat (SO_4^{2-}), ion magnesium (Mg^{2+}), ion kalsium (Ca^{2+}), dan ion kalium (K^+) (Anderson, 2003).

Berikut perbandingan komposisi kimia antara air laut dengan *brine water* yang tercantum pada Tabel 2 di bawah ini :

Tabel 2. Perbandingan komposisi kimia air laut dan *brine water* (Herald *et al.*, 2011)

| No. | Ion | Komposisi Kimia (mg L ⁻¹) | |
|-----|---|---------------------------------------|-------------|
| | | Air Laut | Brine Water |
| 1 | Kalium (K ⁺) | 396 | 661 |
| 2 | Natrium (Na ⁺) | 16.200 | 27.054 |
| 3 | Kalsium (Ca ²⁺) | 1.205 | 2.012 |
| 4 | Magnesium (Mg ²⁺) | 5.395 | 9.010 |
| 5 | Klorida (Cl ⁻) | 31.800 | 53.106 |
| 6 | Sulfat (SO ₄ ²⁻) | 2.600 | 4.342 |

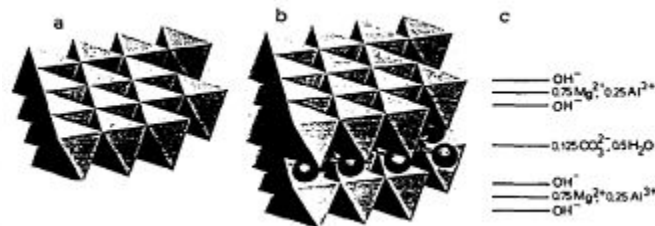
2. Struktur dan Sifat *Hydrotalcite*

a. Struktur *Hydrotalcite*

hydrotalcite mempunyai rumus $[M_{1-x}^{2+} M_x^{3+} (OH)_2]^{x+} [A]_{x/m}^{m-} .nH_2O$ dengan n adalah fraksi mol $M^{3+} / (M^{3+} + M^{2+})$ dan A adalah anion penyeimbang antar lapisan (Kukkappadu *et al.*, 1997). Nilai X biasanya berkisar antara 0,2-0,33. *Hydrotalcite* merupakan lempung anionik karena terdiri dari tumpukan lapisan bermuatan positif dan mempunyai anion dan molekul air diantara lapisan tersebut (Rajamanthi *et al.*, 2001). Harga resultan positif, disebabkan substitusi oleh aluminium, dinetralkan dengan interkalasi dan adsorpsi anion. Karbonat dan sulfat memiliki afinitas yang tinggi sebagai interlayer *hydrotalcite*, yang menunjukkan pembatasan pertukaran oleh anion lain dari larutan jika konsentrasi tinggi (Palmer *et al.*, 2010).

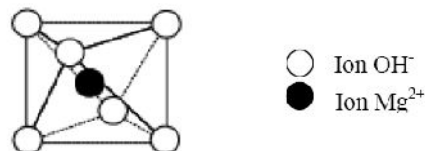
Secara struktural struktur kimia *hydrotalcite* mirip dengan *brucite* Mg(OH)₂ dengan pergantian beberapa ion Mg²⁺ oleh ion Al³⁺. *Brucite* adalah senyawa yang terdiri dari tatanan heksagonal dari ion hidroksida dimana lembaran dari situs oktahedral ditempati oleh ion-ion Mg²⁺ pergantian ion Mg²⁺ oleh Al³⁺ pada *hydrotalcite* menyebabkan lapisan mirip *brucite* bermuatan positif karena ion Al³⁺ merupakan kation dengan muatan lebih besar. Penggantian ion Mg²⁺ oleh Al³⁺ dapat terjadi karena jari-jari kedua ion ini tidak jauh berbeda (jari-jari Mg²⁺ = 0,660 Å; jari-jari Al³⁺ = 0,510 Å). Menurut Cavani *et al.* (1991) salah satu aturan dari sintesis *hydrotalcite* adalah jari-jari kation logam yang digunakan tidak jauh

berbeda dari kation logam Mg^{2+} . Struktur *brucite* dan *hydrotalcite* ditunjukkan pada Gambar 1.



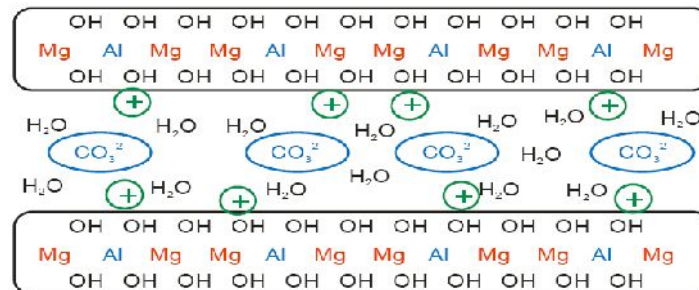
Gambar 1. Struktur: a. tipe *brucite*; b. *hydrotalcite*; c. komposisi atom

Lapisan mirip *brucite* yang dimiliki *hydrotalcite* membutuhkan anion untuk menyeimbangkan muatannya. Anion penyeimbang ini terletak pada *interlayer* yang merupakan gabungan anion dengan empat molekul H_2O yang terikat lemah pada sisi muatan positif yang berlebih (Arhenius, 2003). Anion dan molekul air terletak pada ruang *interlayer* lalu membentuk molekul-molekul baru (Suarez, 2004).



Gambar 2. Representasi skematis struktur senyawa *brucite* (Goh *et al.*, 2008)

Struktur oktahedral Mg^{2+} dan Al^{3+} yang sisinya saling berbagi akan membentuk lembaran-lembaran (*sheets*) yang tak terbatas. Lembaran-lembaran ini akan bertumpuk satu sama lain dan terikat dengan ikatan yang lemah melalui ikatan hidrogen (Vaccari, 1998; Kovanda *et al.*, 2005). Lapisan-lapisan ini kemudian akan menjadi positif sehingga diperlukan anion-anion penyeimbang di daerah antarlapis untuk menghasilkan muatan listrik yang netral seperti gambar skematis struktur senyawa *hydrotalcite* yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Skema struktur senyawa *hydrotalcite*

b. Sifat *Hydrotalcite*

Hydrotalcite mempunyai beberapa sifat yang berbeda diantaranya:

- Luas permukaan yang cukup besar (100-300 m²/g)
- Efek sinergis antar lapis
- Hydrotalcite* dengan anion antar lapisan berupa CO₃²⁻ mempunyai kestabilan struktur yang baik pada kondisi pH ≤ 3,0. Anion antar lapisan CO₃²⁻ akan mengikat ion H⁺ membentuk ion HCO³⁻, sedangkan OH⁻ pada permukaan *Hydrotalcite* bereaksi dengan H⁺ menghasilkan molekul H₂O pada kondisi pH ≤ 3 sehingga sebagian *hydrotalcite* larut dalam air. Hal ini ditunjukkan oleh penurunan massa *hydrotalcite* yang direndam dalam larutan dengan pH ≤ 3,0 (Shiddiq, 2005)

3. Metode Sintesis *Hydrotalcite*

Hydrotalcite secara alami dapat terbentuk di alam, akan tetapi jarang ditemukan dibanding lempung kationik yang melimpah (Bejoy, 2001). Namun demikian, *hydrotalcite* dapat disintesis dengan mudah dalam skala laboratorium (Tong *et al.*, 2003). Ada beberapa metode dalam sintesis *hydrotalcite* yang telah dikembangkan sesuai dengan tujuannya. *Hydrotalcite* dapat disintesis dengan berbagai metode seperti elektrokimia, stoikiometri, pertukaran ion maupun secara kopresipitasi (Hickey *et al.*, 2000). Sebuah permasalahan yang umum dalam semua metode-metode ini kecuali kopresipitasi, adalah dalam preparasi dengan anion selain karbonat, sulit untuk mencegah kontaminasi karbon dioksida.

Kesulitan pencegahan ini menyebabkan metode kopresipitasi paling umum digunakan dalam sintesis, sedang karbonat adalah satu-satunya anion yang bebas dari kontaminasi karbon dioksida dan segera bergabung terikat kuat pada interlayer. Pada metode kopresipitasi, semua kation mengendap secara simultan dalam rasio mol sesuai dengan rasio awalnya (Newman *et al.*, 1998).

Pada metode ini, campuran larutan yang mengandung kation *divalent* dan kation *trivalent* yang ditambahkan anion kedalamnya digunakan sebagai prekursor. Anion antarlapisnya bisa ditambahkan secara langsung. Kemudian endapan yang terbentuk dipisahkan dibawah kondisi lewat jenuh. Kondisi lewat jenuh dapat dicapai dengan mengontrol pH larutan (Trifiro and Vaccari, 1996).

4. Pengendapan Ca^{2+} dari *Brine Water*

Ion dominan yang memiliki pengaruh besar sebagai pengotor pada sintesis *hydrotalcite* adalah ion Ca^{2+} (Kameda *et al.*, 2000). Hal ini disebabkan karena kalsium dalam air umumnya membentuk garam bikarbonat (Manahan, 2000). Ion Ca^{2+} akan mengendap sebagai CaCO_3 jika larutan Na_2CO_3 ditambahkan pada saat proses kopresipitasi *hydrotalcite*. Oleh karena itu, pengendapan ion Ca^{2+} perlu dilakukan sebelum sintesis.

Secara umum, ada tiga tipe teknik dapat digunakan untuk memisahkan ion Ca^{2+} dalam air hasil desalinasi air laut yaitu pengendapan kalsium karbonat, nanofiltrasi (NF) dan *ion exchange*. Ion Ca^{2+} dapat dipisahkan melalui reaksi pengendapan dengan HCO_3^- , CaCO_3 yang terbentuk kemudian disaring (Lubis *et al.*, 2007). Kameda *et al.*(2000) telah mempelajari pengendapan ion Ca^{2+} dalam air laut tiruan (*artificial seawater*). Ion Ca^{2+} dapat diendapkan dengan cara menambahkan larutan Na_2CO_3 dan NaHCO_3 kedalam *brine water* dan memanaskannya selama 1 jam pada temperatur 95 °C. Pengendapan dengan cara tersebut dapat mengendapkan 3% ion Mg^{2+} dan 96% ion Ca^{2+} dari total ion-ion logam tersebut dalam air laut tiruan (*artificial seawater*).

Romiyani (2011) telah melakukan pengendapan ion Ca^{2+} dalam larutan *brine water* tiruan dengan menggunakan buffer Na_2CO_3 dan NaHCO_3 dengan

berbagai perbandingan konsentrasi dan diperoleh hasil seperti ditunjukkan pada Tabel 3 sebagai berikut:

Tabel 3. Hasil AAS pada pengendapan Ca menggunakan berbagai formulasi buffer

| Kode | Parameter | Konsentrasi (ppm) | Volume dibutuhkan untuk mengendapkan 200 ml <i>brine water</i> |
|------|-----------|-------------------|--|
| A | Ca | 83,493 | 163,34 ml |
| | Mg | 4104,731 | |
| B | Ca | 5,624 | 1633,3 ml |
| | Mg | 1239,838 | |
| C | Ca | 1,109 | 3266,6 ml |
| | Mg | 626,906 | |
| D | Ca | 31,388 | 816,7 ml |
| | Mg | 1697,633 | |
| E | Ca | 93,008 | 400 ml |
| | Mg | 3046,688 | |

(Romiyani, 2011)

Keterangan:

Formula A: Na_2CO_3 dan NaHCO_3 : 0,2 M dan 0,4 M

Formula B: Na_2CO_3 dan NaHCO_3 : 0,02 M dan 0,04 M

Formula C: Na_2CO_3 dan NaHCO_3 : 0,2 M dan 0,4 M

Formula D: Na_2CO_3 dan NaHCO_3 : 0,04 M dan 0,08 M

Formula E: Na_2CO_3 dan NaHCO_3 : 0,02 M dan 0,04 M

Dari hasil penelitian Romiyani (2011) diatas, formula B merupakan formula yang paling efektif digunakan dalam pengendapan Ca^{2+} dalam larutan *brine water*. Sehingga dapat dijadikan acuan dalam penelitian ini.

5. Sintesis *Hydrotalcite* Menggunakan Magnesium dari Air Laut

Kameda *et al.*(2000) telah berhasil membuat *hydrotalcite* dari magnesium yang berasal dari air laut. Dalam pembuatan Mg/Al *hydrotalcite* tersebut, Kameda menggunakan air laut tiruan (*artificial seawater*) yang mengandung NaCl , Na_2SO_4 , MgCl_2 dan CaCl_2 .

Sintesis ini diawali dengan membuat larutan awal (*starting solution*) dari air laut tiruan dengan cara mengendapkan ion kalsium terlebih dahulu menggunakan larutan campuran antara NaHCO_3 dan Na_2CO_3 dengan pengadukan selama 1 jam pada suhu 95°C . Filtrat yang diperoleh kemudian ditambahkan sumber aluminium (AlCl_3) dengan rasio *mol* awal antara Mg dengan Al bervariasi dari 2 sampai 4. Proses berikutnya adalah penambahan Na_2CO_3 0,1 M hingga diperoleh pH 10, kemudian larutan ini diaduk dan dipanaskan selama 1 jam pada suhu 60°C .

6. Karakterisasi dan Analisis

a. Atomic absorption spectrophotometer (AAS)

Atomic absorption spectrophotometer (AAS) merupakan suatu metode analisis kimia untuk menentukan unsur-unsur logam dan semi logam dalam jumlah renik (*trace*). Penentuan kadar logam dari suatu sampel dengan metode AAS, dapat dilakukan dengan cara kurva kalibrasi maupun penambahan standar (Skoog *et al.*, 1997).

Alnavis (2010) telah mensintesis Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* dan menggunakan *Atomic absorption spectrophotometer (AAS)* untuk mengetahui kandungan Mg^{2+} dan Ca^{2+} sebelum dan sesudah pengendapan Ca^{2+} . Analisis kandungan Mg^{2+} dan Ca^{2+} menggunakan *Atomic absorption spectrophotometer (AAS)* sesuai dengan prosedur SNI.

Kameda *et al.*(2000) menyatakan bahwa pengotor CaCO_3 dapat diendapkan dengan cara menambahkan larutan Na_2CO_3 dan NaHCO_3 kedalam *brine water* dan memanaskannya selama 1 jam pada temperatur 95°C . Pengendapan dengan cara ini dapat mengendapkan 3% ion Mg^{2+} dan 96% ion Ca^{2+} dari total ion-ion logam tersebut dalam *brine water*.

b. X-Ray Diffraction (XRD)

Metode yang digunakan untuk menganalisis zat padat berupa kristal secara kualitatif dan kuantitatif adalah XRD atau difraksi sinar-X. Analisis kualitatif bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa utama dalam sampel, sedangkan

analisis kuantitatif bertujuan untuk mengetahui persentase kandungan senyawa utama tersebut dalam sampel.

Identifikasi sampel padat dilakukan berdasarkan posisi (berhubungan dengan nilai sudut difraksi atau 2θ) dan intensitas garis. Sudut difraksi ditentukan oleh jarak antara bidang kristal (d). Harga d dihitung dengan menggunakan hukum Bragg, berdasarkan nilai panjang gelombang yang diperoleh dari hasil pengukuran. Intensitas garis tergantung pada nomor dan jenis fraksi atom pusat yang terdapat pada masing-masing bidang kristal.

Harga d dapat digunakan untuk mengidentifikasi sistem kristal dengan cara membandingkan harga d (\AA) dan data intensitas serapan maksimum sampel dengan senyawa yang sudah diketahui. Referensi harga d (\AA) dan intensitas serapan senyawa yang sudah diketahui tersebut, berasal dari data *Joint Committee on Diffraction Standards* (JCPDS) yang bersumber dari *International Centre for Diffraction Data, Swarch-More, PA* (Skoog *et al.*, 1997).

c. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Gugus fungsi dari suatu material dapat dianalisis dengan Spektroskopi Infra Merah. Penyerapan energi sinar infra merah atau infra red (IR) oleh suatu molekul dapat terjadi bila gerakan vibrasi dan rotasi molekul menghasilkan perubahan netto momen dwikutbnya. Apabila frekuensi sinar IR sama dengan frekwensi vibrasi alamiah dari molekul, sinar IR akan diserap molekul.

Atom-atom dalam suatu molekul tidak diam, melainkan bergetar (vibrasi). Gerakan vibrasi dari suatu molekul dibedakan menjadi dua yaitu vibrasi ulur (*stretching*) dan vibrasi tekuk (*bending*). Vibrasi ulur terdiri dari vibrasi simetris dan anti simetris, sedangkan vibrasi tekuk terdiri dari vibrasi goyang (*rocking*), gunting (*scissoring*), putar (*twisting*) dan kibas (*wagging*) (Silverstein *et al.*, 1981). Daerah sinar IR yang paling penting dalam penentuan struktur suatu senyawa organik berkisar antara 4000 cm^{-1} – 625 cm^{-1} (Silverstein *et al.*, 1981).

Johnson and Glasser (2003) menyebutkan bahwa bilangan gelombang 3400 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur OH, 1400 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetris CO_3 , 800 cm^{-1} menunjukkan deformasi luar bidang CO_3 , sedangkan

pada $620-650\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur dalam bidang CO_3 . Sementara pada bilangan gelombang $600-400\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur M-Al-O dan vibrasi ulur serta tekuk dari M-O dengan M adalah logam.

Lakraimi *et al.*(2000) juga melaporkan adanya gugus-gugus fungsi pada *hydrotalcite*. Bilangan gelombang 3450 cm^{-1} menunjukkan vibrasi gugus OH, 1650 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk H_2O dari *interlayer*, 841 dan 647 cm^{-1} untuk vibrasi M-O, 435 cm^{-1} untuk O-M-O, sedangkan 1360 cm^{-1} menunjukkan vibrasi CO_3 .

d. *Thermogravimetric/ Differential Thermal Analysis (TG/DTA)*

Thermogravimetric Analyzer (TGA) secara otomatis mencatat perubahan berat suatu sistem bila temperaturnya berubah dengan laju tertentu. Perubahan temperatur dan berat direkam secara kontinyu.

Differential Thermal Analyzer (DTA) akan mendeteksi setiap perubahan termal yang terkait dengan peristiwa atau reaksi kimia, baik yang berjalan secara eksotermik maupun endotermik. Kedua peristiwa ini ditampilkan dalam bentuk *termogram differensial* sebagai puncak maksimum dan minimum. Puncak maksimum menunjukkan peristiwa eksotermis dimana panas akan dilepaskan oleh sampel. Puncak minimum menunjukkan peristiwa endotermis dimana terjadi penyerapan panas oleh sampel.

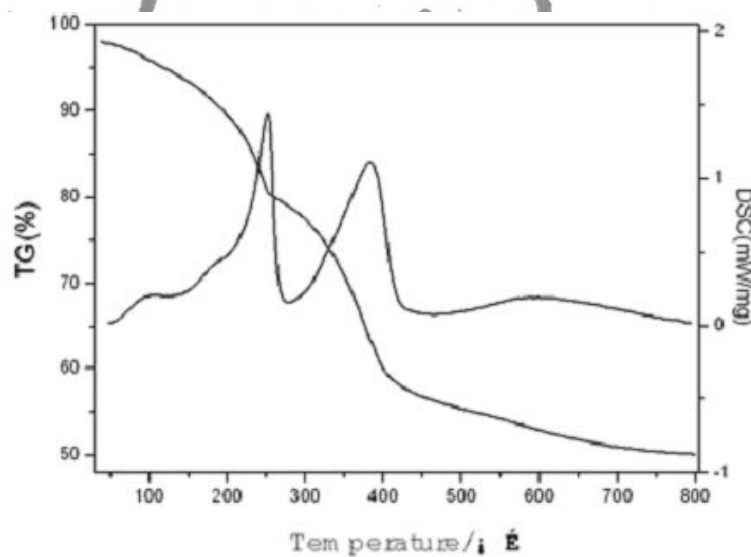
Menurut Yang *et al.*(2002), analisis termal Mg/Al CO_3 *layered double hydroxide* dapat diidentifikasi dari:

- a. Pelepasan *interlayer* air pada temperatur $70-190^\circ\text{C}$ dan terdapat dua fase kristal yang berbeda secara bersamaan, fase I dengan suatu *basal spacing* antara $7,5-7,3\text{ \AA}$ dan fase II dengan *basal spacing* $\sim 6,6\text{ \AA}$, struktur *layered double hydroxide* masih tetap utuh.
- b. Pada temperatur antara $190-280^\circ\text{C}$, OH^- berikatan dengan Al^{3+} yang mulai lepas pada suhu 190°C dan terlepas seluruhnya pada temperatur 280°C . Pada temperatur ini fase I diubah ke dalam fase II.
- c. Pada temperatur antara $280-405^\circ\text{C}$, OH^- berikatan dengan Mg^{2+} yang mulai lepas pada suhu 280°C dan terlepas seluruhnya pada temperatur 405°C ,

degradasi dari struktur *layered double hydroxide* juga diamati pada daerah yang sama

- d. Pada temperatur 405-508 °C, CO_3^{2-} mulai lepas dan terlepas seluruhnya pada temperatur 508 °C. Pada temperatur ini material menjadi suatu campuran larutan padatan oksida amorf metastabil.

Salah satu contoh bentuk termogram TG/DTA *hydrotalcite* seperti ditunjukkan oleh Gambar 4 (Kang *et al.*, 2005).



Gambar 4. TG/DTA Mg/Al *hydrotalcite*

e. *Surface Area Analyzer (SAA)*

Nilai permukaan atau luas permukaan adalah faktor penting dalam perilaku padatan. Luas permukaan mempengaruhi, tingkat pelarutan bahan farmasi, aktivitas katalis industri, kecepatan hidrat semen, kapasitas adsorpsi pemurni udara dan air, dan pengolahan bubuk dan bahan berpori. Ketika padatan dibagi menjadi partikel yang lebih kecil permukaan baru terbentuk sehingga meningkatkan luas permukaan. Demikian pula, ketika pori diciptakan dalam interior partikel (dengan pembubaran, dekomposisi atau beberapa cara fisik atau cara kimia lainnya) luas permukaan juga meningkat.

Luas permukaan zat padat dapat ditentukan dengan menggunakan kurva jumlah gas yang diadsorp pada permukaan W_m sebagai fungsi tekanan gas P pada temperatur yang diberikan. Kurva W_m - P disebut kurva adsorpsi isothermal. Berdasarkan asumsi bahwa proses adsorpsi terjadi pada monolayer, dikenal model adsorpsi yang dikembangkan oleh Brunauer, Emmett dan Teller yang disebut metode BET. Metode ini sering digunakan karena mudah. Dinyatakan dalam persamaan:

$$\frac{1}{\left[\frac{P}{P_0} - 1\right]} = \frac{1}{C} + \frac{-1}{C} \frac{1}{\frac{P}{P_0}}$$

P = tekanan parsial gas (torr)

P_0 = tekanan uap jenuh adsorpsi (torr)

W = Berat gas yang diserap pada tekanan relative P/P_0 (mg)

W_m = Berat gas yang diserap sebagai lapisan monolayer (mg)

C = konstanta BET

Pada dasarnya permukaan padatan tidak pernah mempunyai bentuk sempurna dan teratur, hampir selalu ada celah dan retakan, saluran atau rongga yang menembus kedalam sehingga akan memberikan sumbangan pada luas permukaan luar. Bila adsorben berupa padatan berpori mengadsorpsi adsorbat maka fenomena ini terjadi tidak hanya pada permukaan luar saja tetapi juga dalam pori. Perilaku adsorpsi gas kedalam pori dapat dimanfaatkan untuk menggambarkan porositas dari padatan berpori tersebut (Lowell *and* Shields, 1984).

Keberadaan pori-pori yang berisi udara ini sangat mempengaruhi sifat dan kegunaan zat padat tersebut, pori-pori dapat diklasifikasikan berdasarkan ukurannya menjadi:

1. Mikropori : jari-jari $< 10 \text{ \AA}$
2. Mesopori : jari-jari antara $10\text{-}100 \text{ \AA}$
3. Makropori : jari-jari $> 100 \text{ \AA}$ (Oscik, 1982)

Keberadaan pori-pori tersebut dapat memperluas permukaan padatan. Ukuran luas permukaan suatu padatan dapat diklasifikasikan sebagai berikut (Agustine, 1996):

- 1) Kecil : kurang dari 10 m²/g
- 2) Sedang : antara 50-100 m²/g
- 3) Besar : antara 200-500 m²/g
- 4) Sangat besar : lebih dari 800 m²/g

Menurut teori BET, permukaan padatan tidak akan tertutupi secara sempurna selama tekanan uap jenuh (P₀) belum tercapai. Jika adsorpsi mengikuti teori BET, maka kurva antara 1/W[(P₀/P)-1] vs (P/P₀) akan menghasilkan garis lurus. Untuk keperluan tersebut, dilakukan adsorpsi pada suhu 77K dengan gas N₂ sebagai adsorbat. Selanjutnya, harga V_m dan C dapat dihitung dari harga slope dan intersep yang diperoleh dari plot BET.

Teknik karakterisasi dengan metode sorpsi gas dapat memberikan informasi karakteristik mengenai luas permukaan spesifik antara 0,1 dan 200 m²/g dan ukuran pori dari 3- 40 nm dalam padatan keras maupun lunak.

Luas permukaan dapat dihitung dengan persamaan:

$$S_{\text{BET}} = \frac{C \cdot V_m}{(C-1) \cdot (C+1)}$$

S_{BET} = luas permukaan (m²/g)

S = slope grafik

i = intersep grafik

N = bilangan Avogadro

A_m = luas penampang lintang gas N₂ (16,2 Å)

Mr(N₂)= berat molekul gas N₂ (g/mol) (Baikuni, 2002)

f. X-Ray Fluorescence (XRF)

Spektroskopi XRF adalah teknik analisis unsur yang membentuk suatu material dengan dasar interaksi sinar-X dengan material analit. Teknik ini banyak digunakan dalam analisis batuan karena membutuhkan jumlah sampel yang relative kecil (sekitar 1 gram). Teknik ini dapat digunakan untuk mengukur unsur-unsur yang terutama banyak terdapat dalam batuan atau mineral. Sampel yang

digunakan biasanya berupa serbuk hasil penggilingan atau pengepressan menjadi film.

Dasar analisis alat *X-Ray Fluorescent* ini adalah pencacahan sinar x yang dipancarkan oleh suatu unsur akibat pengisian kembali kekosongan elektron pada orbital yang lebih dekat dengan inti (karena terjadinya eksitasi elektron) oleh elektron yang terletak pada orbital yang lebih luar. Ketika sinar *X* yang berasal dari radioisotop sumber eksitasi menabrak elektron dan akan mengeluarkan elektron kulit dalam, maka akan terjadi kekosongan pada kulit itu. Elektron dari kulit yang lebih tinggi akan mengisi kekosongan itu. Perbedaan energi dari dua kulit itu akan tampil sebagai sinar *X* yang dipancarkan oleh atom. Spektrum sinar *x* selama proses tersebut menunjukkan peak/puncak yang karakteristik. Dimana setiap unsur akan menunjukkan peak yang karakteristik yang merupakan landasan dari uji kualitatif untuk unsur-unsur yang ada dalam sampel.

7. Antasida

Antasida adalah obat yang menetralkan asam lambung sehingga berguna untuk menghilangkan nyeri tukak peptik. Antasida tidak mengurangi volume HCl yang dikeluarkan lambung, tetapi peninggian pH akan mengurangi aktifitas pepsin. Beberapa antasida misalnya aluminium hidroksida, diduga menghambat pepsin secara langsung. Kapasitas menetralkan asam dari berbagai antasida pada dosis terapi bervariasi tetapi umumnya pH lambung tidak sampai di atas 4, yaitu keadaan yang jelas menurunkan aktifitas pepsin, kecuali bila pemberiannya sering dan terus menerus. Mula kerja antasida sangat bergantung pada kelarutan dan kecepatan netralisasi asam, sedangkan kecepatan pengosongan lambung sangat menentukan masa kerjanya.

Umumnya antasida merupakan basa lemah. Senyawa oksid-aluminium (basa lemah) sukar untuk meninggikan pH lambung lebih dari 4, sedangkan basa yang lebih kuat seperti magnesium hidroksida secara teoritis dapat meninggikan pH sampai 9, tapi kenyataannya tidak terjadi. Semua antasida meningkatkan produksi HCl berdasarkan kenaikan pH yang menaikkan aktifitas gastrin.

Antasida dibagi dalam dua golongan yaitu antasida sistemik dan antasida non-sistemik. Antasida sistemik misal natrium bikarbonat, diadsorbsi dalam usus halus sehingga menyebabkan urin bersifat alkalis. Pada pasien dengan kelainan ginjal, dapat terjadi alkalosis metabolik. Penggunaan kronik natrium bikarbonat memudahkan nefrolitis fosfat. Antasida non sistemik hampir tidak diadsorbsi oleh usus sehingga tidak menimbulkan alkalosis metabolik. Contoh antasida non-sistemik ialah sediaan magnesium, aluminium dan kalsium (Anonim., 2007).

8. Karakteristik Serbuk

a. Distribusi Ukuran Partikel

Salah satu cara untuk mengelompokkan butiran menjadi suatu atau beberapa kelompok adalah dengan pengayakan. Dengan metode ini akan diperoleh butiran yang lolos dari ayakan (butiran halus) dan butiran yang tertinggal (butiran kasar). Ukuran partikel tertentu yang masih dapat melewati lubang ayakan disebut butiran batas.

b. Metode Penentuan Ukuran Partikel

Metode yang digunakan untuk penentuan ukuran partikel antara lain mikroskopi, pengayakan (*screening*), sedimentasi, *light scattering* dan sinar-X. Metode pengayakan (*screening*) merupakan metode paling umum digunakan untuk penentuan distribusi ukuran partikel dan biasa diaplikasikan untuk partikel dengan ukuran diameter lebih besar dari 38 μm . Beberapa jenis ayakan dilengkapi dengan *electroformed meshes* yang dapat meningkatkan kemampuan aplikasi sampai 5 μm , akan tetapi adanya aglomerat serta sifat adhesi antara serbuk dengan ayakan menyebabkan *electroformed meshes* jarang digunakan (German, Randall M, 1994). Vibrosieve merupakan ayakan dengan bantuan energi getar untuk mempercepat proses pengayakan. Ayakan disusun berdasarkan ukuran diameternya, dengan ayakan ukuran terkecil berada pada posisi paling bawah. Partikel yang akan ditentukan ukuran partikelnya ditempatkan pada susunan ayakan paling atas. Setelah pengayakan, partikel akan terpisah-pisah sesuai dengan interval ukurannya masing-masing. Kekurangan analisis dengan menggunakan *vibrosieve* antara lain membutuhkan sampel yang banyak, tidak

dapat diaplikasikan untuk serbuk dengan ukuran kecil dari 38 μm serta adanya variasi ukuran akibat proses manufaktur sekitar 3-7% (German, Randall M, 1994).

9. Kapasitas Penetralkan Asam (KPA)

Didalam lambung terdapat sel pariental yang mengekskresikan HCl. Meskipun HCl tidak diproduksi dari sitoplasma, HCl merupakan asam kuat yang dapat merusak sel. Aktifitas sekretori sel pariental menjaga agar lambung tetap berada pada pH 1,5-2,0. Apabila terjadi difusi sel pariental, jumlah HCl dalam lambung akan meningkat dan pH akan menurun.

Antasida digunakan untuk menetralkan HCl yang disekresikan sel pariental. Secara kuantitatif, kekuatan antasida dibandingkan berdasarkan Kapasitas Penetralkan Asam (KPA). KPA didefinisikan sebagai jumlah *miliequivalen* HCl untuk mempertahankan 1 ml suspensi antasida pada pH 3 dalam waktu 2 jam secara *in vitro* (Troy *et al.*, 2005).

B. Kerangka Pemikiran

Hydrotalcite merupakan suatu basa yang mengandung persenyawaan Al_2O_3 dan MgO yang dalam beberapa kurun waktu terakhir telah ditemukan aplikasinya sebagai salah satu sediaan antasida yang efektif. *Hydrotalcite* memiliki rumus umum $[\text{M}^{2+}_{1-x}\text{M}^{3+}_x(\text{OH})_2]^{x+}[\text{A}^{n-}_{x/n}]_x \cdot m\text{H}_2\text{O}$ dimana M^{2+} sebagai kation *divalent* dapat berupa Mg^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Co^{2+} atau Ni^{2+} dan M^{3+} sebagai kation *trivalent*nya dapat berupa Al^{3+} , Fe^{3+} atau Cr^{3+} sedangkan A^{n-} merupakan anion yang mengisi *interlayer* dapat berupa ion OH^- , Cl^- , NO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} .

Hydrotalcite biasanya disintesis dengan penambahan larutan Na_2CO_3 , atau larutan NaOH dan Na_2CO_3 yang dicampurkan dengan larutan MgCl_2 , dan AlCl_3 . Magnesium sebagai sumber kation *divalent* dari *hydrotalcite* dapat bersumber dari air laut ataupun dari *brine water*. *Brine water* merupakan hasil samping proses desalinasi air laut yang mengandung ion-ion logam, salah satunya magnesium dalam konsentrasi tinggi. Dengan kandungan ion magnesium (Mg^{2+}) sebagai

suplai ion *divalent* dari *brine water*, Mg/Al *hydrotalcite* dapat disintesis. Berpedoman pada komposisi kimia *brine water*, *brine water* tiruan dibuat dengan berbahan: natrium klorida (NaCl), natrium sulfat (Na₂SO₄), magnesium klorida (MgCl₂) dan kalsium klorida (CaCl₂). Sebelum dilakukan sintesis, terlebih dahulu ion Ca²⁺ dalam *brine water* dihilangkan dengan pengendapan karena keberadaan ion Ca²⁺ dapat menjadi pengotor pada sintesis Mg/Al *hydrotalcite*. Mg/Al *hydrotalcite* kemudian disintesis dari *brine water* tiruan dan ditambahkan dengan aluminium (AlCl₃) sebagai sumber kation *trivalen*nya (M³⁺) serta anion *interlayer* berupa karbonat (CO₃²⁻) dari natrium karbonat (Na₂CO₃).

Untuk mengetahui terbentuknya senyawa hasil sintesis, diperlukan karakterisasi yang membuktikan secara kimia bahwa senyawa tersebut benar-benar telah terbentuk. Setiap kristal mempunyai harga *d* yang khas sehingga dengan mengetahui harga *d* maka jenis kristalnya dapat diketahui. Referensi harga *d* dan intensitas suatu senyawa dapat diperoleh dari data *Joint Committee on Powder Diffraction Standard* (JCPDS). Jika harga *d* dari senyawa hasil sintesis dengan harga *d* dari Mg/Al *hydrotalcite* standar JCPDS mendekati sama, artinya senyawa hasil sintesis sebagian besar senyawa utamanya adalah Mg/Al *hydrotalcite*. Daerah pengamatan bilangan gelombang spektra infra merah biasanya digunakan untuk mencirikan keberadaan gugus-gugus fungsi dalam suatu molekul. Spektra infra merah dari Mg/Al *hydrotalcite* mempunyai puncak-puncak yang khas. Perubahan termal yang terkait peristiwa kimia dan perubahan masa akibat kenaikan suhu dari suatu senyawa dapat dideteksi menggunakan TG/DTA sehingga dengan mengetahui pelepasan masa pada suhu tertentu, gugus-gugus yang terdapat dalam senyawa tersebut dapat diketahui. Data permukaan berupa luas muka, jari-jari pori, dan volume pori total untuk Mg/Al *hydrotalcite* mempunyai ciri khas pada kisaran tertentu dan telah banyak diteliti oleh peneliti sebelumnya, sehingga dengan mencocokkan data penelitian dengan peneliti sebelumnya dapat diketahui senyawa hasil sintesis merupakan Mg/Al *hydrotalcite*. Hasil identifikasi dengan XRD, FTIR, TG/DTA dan SAA dapat digunakan untuk membuktikan bahwa senyawa yang disintesis merupakan Mg/Al *hydrotalcite*. Analisa kandungan logam dalam padatan dapat dilakukan dengan

menggunakan XRF, selain diperoleh kandungan logam utama dalam bentuk oksidanya, juga dapat diketahui logam-logam lain yang terdapat dalam senyawa Mg/Al *hydrotalcite*, analisa ini dapat menunjukkan bahwa dalam senyawa hasil sintesis tidak terdapat kandungan logam berbahaya sehingga dapat digunakan sebagai sediaan antasida.

Antasida adalah obat yang menetralkan asam lambung. Secara kuantitatif, kekuatan antasida dibandingkan berdasarkan Kapasitas Penetralkan Asam (KPA). Untuk mengetahui kemampuan penetralan suatu bahan sediaan antasida, maka perlu adanya suatu pembanding yang telah terstandarisasi secara farmasi. Pembanding ini berfungsi sebagai kontrol terhadap sediaan baru. Nilai KPA dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya adalah ukuran partikel zat aktif, sehingga KPA dari suatu sediaan antasida dapat diperbaiki dengan memodifikasi ukuran partikelnya.

C. Hipotesis

- a. Senyawa yang disintesis dari larutan *brine water* tiruan merupakan Mg/Al *hydrotalcite* yang mempunyai ciri adanya gugus OH *stretching* dari lembaran-lembaran *hydrotalcite* dan molekul air didaerah *interlayer*, serta anion karbonat bebas dan logam oksida Mg-O. Kristal Mg/Al *hydrotalcite* dicirikan dengan adanya refleksi bidang d_{003} , d_{006} , d_{009} . Analisa dengan TG/DTA diharapkan mendeteksi puncak endotermis dimana terjadi pelepasan gugus air dan karbonat. Mg/Al *hydrotalcite* memiliki luas muka sedang dan ukuran pori yang masuk kedalam range mesopori. Serta tidak terdapat logam-logam berbahaya dalam senyawa Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan.
- b. Penurunan ukuran partikel dari Mg/Al *hydrotalcite* akan meningkatkan nilai KPA.
- c. Kemampuan penetralan asam Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan memiliki nilai yang hampir sama dengan salah satu antasida dan *hydrotalcite* komersial yang terstandarisasi secara farmasi.

BAB III METODE PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Metode yang digunakan adalah eksperimental laboratorium. Tahap pertama pembuatan larutan awal berupa *brine water* tiruan, sintesis Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan dan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, STA, SAA dan XRF. Tahap kedua penentuan KPA dengan variasi distribusi partikel dan membandingkannya terhadap nilai KPA antasida yang terstandarisasi secara farmasi.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan di Laboratorium Dasar Kimia FMIPA UNS, Laboratorium Terpadu FMIPA UNS dan laboratorium lain yang dianggap perlu. Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan April- Agustus 2011.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

- Seperangkat peralatan gelas (Pyrex)
- Seperangkat peralatan titrasi (Pyrex)
- *Atomic Absorbance Spectofotometer (AAS)*
- *X-Ray Diffractometer (XRD)* (Bruker)
- *X-Ray Fluorescence (XRF)* (Bruker)
- *Surface Area Analyzer (SAA)* (Quantachrome Nova Station A)
- *Fourier Transform Infra Red (FT-IR)* (Prestige-21 Shimadzu)
- *Simultaneous Thermal Analyzer (STA)* (Inseis STA PT-1600)
- Pengayak manual ukuran 100, 200, dan 250 *Mesh*
- Neraca analitis
- *Centrifuge* (Hermle Z206A)
- Oven (Barnsted 2555)
- pH meter
- Kompur listrik

- *Stirer plate* dan *magnetic stirrer*
- Termometer raksa 100°C

2. Bahan

- NaCl (E. Merck)
- MgCl₂. 6H₂O (E. Merck)
- CaCl₂ (E. Merck)
- KCl (E. Merck)
- NaHCO₃ (E. Merck)
- Na₂CO₃ (E. Merck)
- AlCl₃.6H₂O (E. Merck)
- AgNO₃ (E. Merck)
- HCl 0,1 N (E. Merck)
- NaOH 0,1 N (E. Merck)
- Akuades (Laboratorim Kimia Dasar FMIPA UNS)

D. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan *brine water* tiruan dan pengujian kadar ion

Larutan 1: 41,478 gram NaCl ditambahkan dengan 1,4 gram KCl dan dilarutkan dengan akuades sebagai larutan 1. Larutan 2: 83,63 gram MgCl₂.6H₂O dan 8,194 gram CaCl₂.2H₂O dilarutkan dengan akuades selanjutnya sebagai larutan 2. Larutan 1 dan 2 dicampurkan dalam labu ukur 1000 ml dan diencerkan dengan akuades hingga batas. Larutan campuran sebagai *brine water* tiruan.

2. Pengendapan ion kalsium dalam *brine water* tiruan

1633 ml larutan buffer dan 200 ml *brine water* tiruan direfluks pada suhu 90°C selama 1 jam, dihasilkan larutan campuran dan endapan putih CaCO₃, endapan putih disaring dan dipisahkan dari lautan, sehingga diperoleh *brine water* bebas ion Ca²⁺. Larutan filtrat *brine water* kemudian diuji kadar ion Mg²⁺ dan ion Ca²⁺ untuk mengetahui jumlah ion Ca²⁺ yang hilang setelah pengendapan dengan menggunakan *Atomic Absorbance Spectrofotometer (AAS)*.

3. Sintesis Mg/Al hydrotalcite

200 ml larutan *brine water* tiruan yang telah diendapkan ion kalsiumnya dicampurkan dengan 0,774 gram $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Kemudian campuran larutan ini direfluks selama 1 jam pada suhu pemanasan 70°C dan $\text{pH} \pm 10$. Suspensi yang terbentuk didinginkan dan dipisahkan sehingga diperoleh endapan dan filtrat. Kemudian endapan dikumpulkan dalam wadah yang berisi 2 liter akuades untuk dicuci. Proses pencucian tersebut dilakukan berulang sampai endapan yang diperoleh bebas dari Cl^- . Uji bebas Cl^- dilakukan dengan uji AgNO_3 yaitu filtrat dituang dalam cawan arloji lalu ditetesi larutan AgNO_3 0,1 M, jika masih terbentuk endapan AgCl maka harus dicuci kembali, tetapi bila tidak terbentuk endapan maka telah bebas dari ion Cl^- . Kemudian endapan basah yang diperoleh dicentrifuge 4000 rpm selama 10 menit, kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 110°C selama 6 jam. Padatan putih kering yang diperoleh merupakan Mg/Al *hydrotalcite*.

4. Karakterisasi Mg/Al hydrotalcite

Hasil sintesis Mg/Al *hydrotalcite* dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (Prestige-21 Shimadzu) dan *Simultaneous Thermal Analyzer* (Inseis STA PT-1600), untuk mendapatkan bilangan gelombang dan perubahan berat setra *differential thermal* yang menyatakan gugus fungsi spesifik Mg/Al *hydrotalcite* dan *X-ray diffraction* (Bruker) untuk mendapatkan refleksi bidang spesifik, untuk mengetahui kadar unsur logam dilakukan analisa menggunakan *X-Ray Fluorescence* (Bruker), sedangkan untuk mengetahui luas muka dan jari-jari pori dilakukan analisa menggunakan *Surface Area Analyzer* (Quantachrome Nova Station A).

5. Distribusi ukuran partikel

Serbuk Mg/Al *hydrotalcite* diayak menggunakan ayakan manual dengan 3 ukuran ayakan, kemudian dikelompokkan berdasarkan ukurannya urut dari yang paling kecil hingga diperoleh fraksi H_1 ($< 250 \text{ mesh}$), H_2 ($250 \text{ mesh} - 200 \text{ mesh}$), H_3 ($200 \text{ mesh} - 100 \text{ mesh}$) tiap fraksi kemudian ditimbang dan dipersentase terhadap berat total Mg/Al *hydrotalcite*.

6. Penentuan nilai Kapasitas Penetralkan Asam (KPA)

0,2 gram sampel serbuk H₁, H₂ dan H₃ dilarutkan dalam 100 ml akuades dan dipanaskan hingga suhu larutan 37°C, kemudian ditambahkan 100 ml larutan HCl 0,1 M yang sebelumnya telah dipanaskan hingga suhu larutan 37°C.

Larutan campuran tersebut dititrasi dengan larutan standar NaOH 0,1 M hingga mencapai pH 3,5. Kapasitas penetralan asam dinyatakan sebagai *miliequivalent* asam klorida yang digunakan untuk mempertahankan 1 ml suspensi antasida pada pH 3,5.

Prosedur yang sama dilakukan untuk menentukan nilai KPA dari salah satu antasida komersial yang terstandarisasi secara farmasi.

E. Teknik Pengumpulan Data

Data kuantitatif berupa kandungan ion Ca²⁺ dan ion Mg²⁺ diperoleh dari analisa menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*. Data karakterisasi Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis diperoleh dari hasil analisa menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)*, *Simultaneous Thermal Analysis (STA)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *X-Ray Fluorescence (XRF)* dan *Surface Area Analyzer (SAA)*.

Dari analisa AAS diperoleh data kandungan logam dalam *brine water* tiruan. Data analisa XRD diperoleh dengan membaca difraktogram yang berupa suatu pola difraksi dengan puncak-puncak pada 2θ tertentu sehingga diperoleh jarak antara kisi kristal (d) yang sesuai dengan hukum Bragg. Analisa termal dengan menggunakan STA diperoleh puncak endotermis/ eksotermis dan penurunan massa yang menunjukkan pelepasan gugus fungsi. Identifikasi gugus fungsi menggunakan data FTIR. Data *surface area* diperoleh dari analisa menggunakan SAA, serta kandungan logam dalam Mg/Al *hydrotalcite* diperoleh dengan analisa menggunakan XRF.

F. Teknik Analisa Data

1. Kandungan Mg^{2+} dan Ca^{2+} dalam *brine water* tiruan setelah proses pengendapan dapat dianalisa dengan AAS diperoleh data berupa konsentrasi ion dalam satuan *ppm*, kemudian dikonversi dalam *mol* Mg. data ini dipergunakan untuk menghitung $AlCl_3$ yang dibutuhkan dalam sintesis Mg/Al *hydrotalcite*.
2. Data 3 puncak difraktogram XRD dari senyawa hasil sintesis dengan intensitas tertinggi dibandingkan dengan data Mg/Al *hydrotalcite* standar dari *Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)* untuk menunjukkan bahwa senyawa utama hasil sintesis adalah Mg/Al *hydrotalcite*.
3. Analisis termal digunakan TG/DTA. DTA mendeteksi setiap perubahan termal yang terkait dengan peristiwa atau reaksi kimia, baik yang berjalan secara eksotermik maupun endotermik. Sementara itu, TGA mendeteksi setiap perubahan massa yang terjadi pada sampel sebagai akibat dari kenaikan suhu. Data kemudian dicocokkan dengan referensi hasil penelitian terdahulu yang relevan.
4. Gugus-gugus fungsi yang terdapat pada Mg/Al *hydrotalcite* diketahui dengan membandingkan puncak-puncak spektra FTIR Mg/Al *hydrotalcite* dengan referensi. Berdasarkan strukturnya Mg/Al *hydrotalcite* memiliki gugus fungsi M-O, O=C-O, karbonat, dan O-H dari lapisan hidroksida maupun *interlayer*.
5. Data permukaan meliputi *surface area*, *average pore radius* dan *total pore volume* diperoleh dari analisa menggunakan SAA, dan dibandingkan dengan referensi.
6. Pengukuran dengan XRF diperoleh data berupa kandungan logam dalam bentuk oksidanya, yang dinyatakan dalam persen. Data ini kemudian disajikan sebagai bentuk informasi baru.

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Mg/Al *Hydrotalcite* dari *Brine Water* Tiruan

Hydrotalcite mempunyai rumus umum $[M_{1-x}^{2+} M_x^{3+} (\text{OH})_2] [A^{m-}]_{x/m} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan n adalah fraksi mol $M^{3+}/(M^{3+}+M^{2+})$ dan A adalah anion penyeimbang antar lapisan (Kukkappapu *et al.*, 1997). Dalam penelitian ini dilakukan sintesis Mg/Al *hydrotalcite* dengan CO_3^{2-} sebagai anion antar lapis. Mg^{2+} sebagai fraksi M^{2+} bersumber dari *brine water* tiruan yang dibuat dengan berpedoman pada Heraldry *et al.* (2010). Komposisi yang terkandung dalam *brine water* tiruan adalah natrium klorida (NaCl), natrium sulfat (Na_2SO_4), magnesium klorida (MgCl_2) dan kalsium klorida (CaCl_2). Keberadaan ion kalsium dapat mengganggu dalam sintesis *hydrotalcite* karena dapat menyebabkan terbentuknya senyawa pengotor (Analvis, 2010). Menurut Kameda *et al.* (2000), apabila dalam sintesis Mg/Al *hydrotalcite* ion kalsium tidak dihilangkan terlebih dahulu, maka ion kalsium akan mengendap bersama-sama dengan Mg/Al *hydrotalcite* sebagai pengotor.

Pengendapan ion kalsium dilakukan dengan penambahan buffer Na_2CO_3 0,02 M dan NaHCO_3 0,04 M (Romiyani, 2011). Untuk mengetahui jumlah ion kalsium yang terendapkan dilakukan analisis menggunakan *Atomic Absorption Spectrofotometer (AAS)* dan diperoleh konsentrasi ion magnesium dan kalsium berturut-turut adalah 779,515 ppm dan 20,336 ppm. Adapun data hasil analisa AAS dapat dilihat dalam Lampiran 1. Ion kalsium mengendap sebagai endapan putih CaCO_3 . Setelah proses pengendapan diperoleh filtrat *brine water* bebas ion Ca^{2+} sebagai sumber magnesium dalam sintesis Mg/Al *hydrotalcite*.

Mg/Al *hydrotalcite* disintesis melalui metode kopresipitasi (Kameda *et al.*, 2000) dengan rasio mol Mg: Al = 2: 1. Menurut Heraldry (2010), kemurnian senyawa Mg/Al *hydrotalcite* akan semakin tinggi dengan semakin berkurangnya rasio mol Mg/Al. Selanjutnya dilakukan penambahan senyawa $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai penyumbang mol Al dalam sintesis Mg/Al *hydrotalcite*. Perhitungan banyaknya $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang ditambahkan dapat dilihat pada Lampiran 2.

Kemudian ditambahkan larutan Na_2CO_3 0,1M dalam suasana basa kemudian disintesis pada kondisi optimum yaitu pH ± 10 dan temperatur 70°C selama 1 jam. Kondisi pH larutan selama proses sintesis penting untuk menghasilkan Mg/Al *hydrotalcite* yang optimum. Jika kondisi dibawah pH optimum akan terbentuk *amorf* berupa $\text{Al}(\text{OH})_3$, karena ion-ion OH^- dalam larutan yang bersifat basa mampu menarik proton mengakibatkan terjadi pengendapan kation Al^{3+} membentuk endapan logam hidroksida. Sementara pada pH di atas optimum, hanya MgO yang terbentuk karena kelebihan penambahan Na_2CO_3 mengakibatkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang terbentuk menjadi larut kembali menjadi $\text{Al}(\text{OH})_6^{3-}$ (Roto *et al.*, 2008). Endapan $\text{Al}(\text{OH})_3$ akan terbentuk apabila kondisi pH $< 11,5$ dan logam aluminium akan membentuk ion Al^{3+} yang tidak dapat mengendap apabila kondisi pH $> 12,0$ (Hickey, 2001). Selama proses sintesis pH dipertahankan pada ± 10 , hal ini dikarenakan Mg/Al *hydrotalcite* terkristalisasi dengan baik pada pH tersebut, sedangkan pada kondisi pH diatas 10 meskipun *hydrotalcite* masih dapat mengendap tetapi ukuran partikel dan hasil yang diperoleh tampak mulai berkurang (Kang *et al.*, 2005). Mg/Al *hydrotalcite* yang diperoleh dari hasil sintesis berupa endapan putih yang kemudian dikeringkan hingga diperoleh padatan berwarna putih.

B. Karakterisasi Mg/Al *Hydrotalcite* Hasil Sintesis

1. X-Ray Diffraction (XRD)

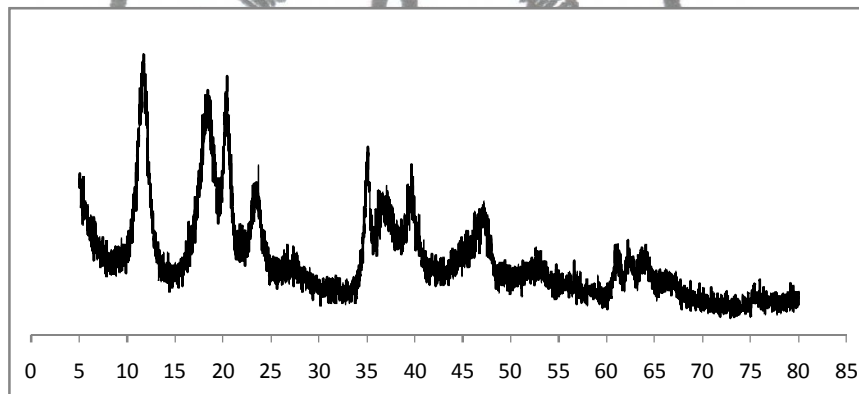
Karakteristik Mg/Al *hydrotalcite* ditentukan melalui analisa *X-Ray Diffraction (XRD)*. Dasar penggunaan XRD adalah susunan sistematis atom-atom atau ion-ion dalam bidang kristal. Setiap spesies mineral dicirikan oleh susunan atom spesifik yang menciptakan bidang atom penciri yang dapat memantulkan sinar-X. Analisa kualitatif difaktogram senyawa hasil sintesis dilakukan dengan membandingkan harga *d peak-peak* difaktogram senyawa hasil sintesis dengan referensi. Referensi harga *d* dan intensitas senyawa diperoleh dari data *Joint Committee on Powder Diffraction Standar (JCPDS)*. Data refleksi bidang untuk Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis, standar *hydrotalcite* dari *JCPDS* ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Nilai refleksi bidang Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis

| Refleksi bidang | <i>Hydrotalcite</i> (Å) | JCPDS ¹ |
|-----------------|-------------------------|--------------------|
| d_{003} | 7,550 | 7,590 |
| d_{006} | 3,749 | 3,795 |
| d_{009} | 2,553 | 2,530 |

¹ Joint Comitte on Powder Diffraction Standar (JCPDS) #890460

Difraktogram dari Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 5 sebagai berikut:

**Gambar 5.** Difraktogram Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis

Dari Gambar 5 terlihat tiga *peak* kuat pada nilai 2θ sekitar $11,7^\circ$; $23,7^\circ$ dan $35,1^\circ$ yang merupakan *peak* karakteristik struktur lapis Mg/Al *hydrotalcite*. Refleksi d_{003} menunjukkan interkalasi CO_3^- kedalam struktur *interlayer* Mg/Al *hydrotalcite*. Heraldy *et al.*(2010) menyebutkan bahwa harga d 7,58 Å merupakan puncak karakteristik *hydrotalcite* dengan anion *interlayer* berupa CO_3^{2-} . Kesesuaian harga d hasil sintesis dengan harga d untuk anion *interlayer* CO_3^{2-} menunjukkan bahwa anion penyeimbang muatan pada Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis adalah CO_3^{2-} . Nilai refleksi d_{003} , d_{006} , dan d_{009} yang ditunjukkan dalam Tabel 4 memiliki kemiripan dengan nilai refleksi yang dikeluarkan oleh JCPDS dengan demikian material hasil sintesis merupakan Mg/Al *hydrotalcite*.

Selain tiga *peak* karakteristik Mg/Al *hydrotalcite*, terdapat fase kristalin baru disekitar $20,42^\circ$ dan $18,39^\circ$ yang diduga merupakan $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang juga

terdapat dalam senyawa hasil sintesis. Senyawa $\text{Al}(\text{OH})_3$ pada difraktogram XRD mempunyai puncak disekitar 2θ 18-21°. Menurut Heraldry (2010) munculnya puncak yang baru pada sampel *Mg/Al hydrotalcite* dipengaruhi oleh keberadaan larutan induk ketika dilakukan perlakuan pemeraman terhadap *Mg/Al hydrotalcite*. Hickey *et al.*(2000) dan Kovanda *et al.*(2005) menyebutkan bahwa pemeraman *hydrotalcite* dalam air menghasilkan derajat kristalinitas yang lebih tinggi daripada dalam larutan induknya (*mother liquid*).

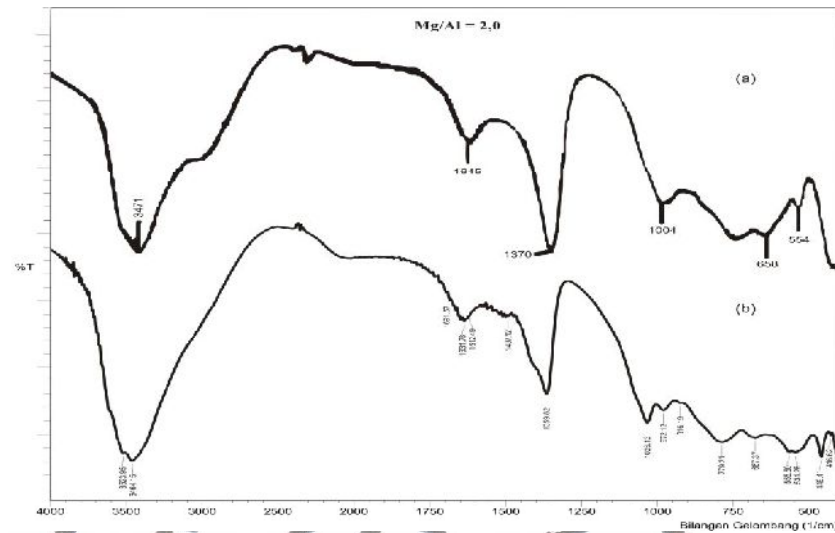
Analisa kuantitatif dari difraktogram XRD adalah penentuan kandungan relatif *Mg/Al hydrotalcite*. Analisa ini dilakukan dengan membandingkan intensitas relatif (I/I_1) puncak-puncak difraktogram *Mg/Al hydrotalcite* dengan intensitas relatif seluruh puncak yang ada dalam sampel. Hasil perhitungan persentase kandungan relatif atau kemurnian *Mg/Al hydrotalcite* dalam sampel adalah 72,77%. Perhitungan disajikan pada Lampiran 9.

Pengotor dalam sampel sebesar 27,23%, dalam difraktogram pengotor ini berada pada 2θ yaitu 18,394 dan 20,421. Senyawa yang terbentuk diperkirakan merupakan senyawa $\text{Mg}(\text{OH})_2$ atau $\text{Al}(\text{OH})_3$. Senyawa $\text{Al}(\text{OH})_3$ pada difraktogram XRD mempunyai puncak di sekitar 2θ 18-21° sedang senyawa $\text{Mg}(\text{OH})_2$ di sekitar 2θ 19° (Heraldry, 2010). Data ini didukung pula oleh hasil analisa kandungan logam pada pembahasan analisa dengan XRF. Sehingga adanya 2 puncak pada difraktogram XRD *Mg/Al hydrotalcite* dengan intensitas yang tinggi pada 2θ 18-20° diduga kuat merupakan senyawa $\text{Al}(\text{OH})_3$.

2. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisa menggunakan FTIR dilakukan untuk memperoleh data pendukung, yang membuktikan senyawa hasil sintesis benar-benar merupakan *Mg/Al hydrotalcite*. Gugus fungsi yang mencirikan *Mg/Al hydrotalcite* diantaranya berupa ion hidroksi (OH), ion karbonat (CO_3^{2-}) dan ikatan oksida logam (M-O) yang bila dianalisa menggunakan FTIR akan memperlihatkan *peak-peak* khas untuk ikatan O-H, O=C-O, Mg-O dan Al-O.

Spektra FTIR dari *Mg/Al hydrotalcite* dari *brine water* tiruan ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. a) Spectra Mg/Al *hydrotalcite* standar (Sharma, 2007)

b) Spectra Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis

Gugus fungsi standar dari Mg/Al *hydrotalcite* diperlihatkan pada Tabel 5.

Tabel 5. Gugus fungsi Mg/Al *hydrotalcite*

| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang(cm^{-1}) | Bilangan gelombang <i>hydrotalcite</i> BWT (cm^{-1}) |
|----------------------|--|---|
| Uluran OH dan M-O | 3400-3500 ^{a,b} | 3523; 3464 |
| Tekukan OH | 1650 ^d | 1631 |
| Uluran simetris C-O | 1385 ^{a,c} | 1359 |
| Uluran asimetris O=C | 1500,5 ^c | 1487 |
| Tekukan O=C-O | 650 ^a | 779; 667 |
| Uluran Mg-O dan Al-O | 400-600 ^a (2 puncak) | 534-555 dan 401-449 |

Sumber: ^aKannan (1995) dalam Johnson dan Glasser (2003), ^bBhaumik *et al.*(2004), ^cDi Cosimo *et al.*(1998), ^dYang *et al.*(2007).

Pita melebar dan tajam pada 3523cm^{-1} menunjukkan grup OH *stretching* pada gugus hidroksil dari lembaran-lembaran Mg/Al *hydrotalcite* dan molekul air yang terdapat di daerah *interlayer* atau antar partikel. Puncak lemah pada 3464cm^{-1} merupakan ikatan hidrogen air pada *interlayer* dengan anion CO_3^{2-} . Vibrasi asimetri O=C dari CO_3^{2-} bebas terlihat dengan munculnya puncak kuat

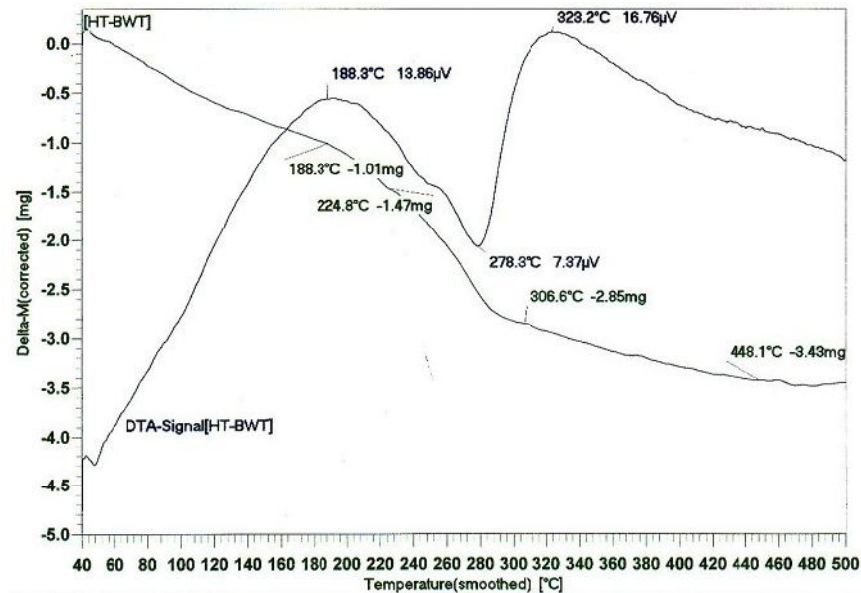
pada 1359 cm^{-1} dan puncak-puncak lemah pada 779 cm^{-1} dan 667 cm^{-1} . Hasil penelitian Davydov (1984) dan Shiddiq (2005) menyebutkan bahwa puncak pada bilangan gelombang $\pm 500\text{ cm}^{-1}$ merupakan uluran Al-O sehingga puncak pada bilangan antara $534\text{-}555\text{ cm}^{-1}$ dapat diartikan sebagai vibrasi ulur Al-O dan pada bilangan gelombang $401\text{-}449\text{ cm}^{-1}$ sebagai vibrasi ulur Mg-O.

Analisa spektra FTIR menunjukkan adanya ikatan Mg-O, Al-O serta gugus hidroksil dan karbonat. Hasil ini mengindikasikan senyawa yang dianalisa merupakan Mg/Al *hydrotalcite* dengan anion antar lapisan CO_3^{2-} yang mempunyai rumus kimia $[\text{Mg}_{1-x}\text{Al}_x(\text{OH})_2]^{x+}[\text{CO}_3]_{x/m} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (Herald et al., 2006).

3. Thermogravimetric/ Differential Thermal Analysis (TG/DTA)

Analisa DTA bertujuan untuk mendeteksi setiap perubahan termal yang terkait dengan peristiwa atau reaksi kimia, baik yang berjalan secara eksotermik maupun endotermik. Sementara itu, TGA bertujuan mendeteksi setiap perubahan massa yang terjadi pada sampel sebagai akibat dari kenaikan suhu, baik yang diikuti oleh perubahan fasa kristal maupun tidak. Analisa DTA/TGA pada penelitian ini dilakukan dalam atmosfer udara dengan laju kenaikan suhu $20^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan rentang suhu mulai dari 40°C hingga 500°C . Hasil analisis termal ditunjukkan oleh Gambar 7.

Terjadi perubahan massa Mg/Al *hydrotalcite* pada suhu $41,8^\circ\text{C}$, 63°C , $277,8^\circ\text{C}$ dan $498,9^\circ\text{C}$ yang disertai dengan munculnya puncak endotermik DTA. Pada temperatur $41,8^\circ\text{C}$ terjadi penurunan massa sebesar $2,86\%$ kemudian pada suhu sekitar 63°C terjadi penurunan massa sebesar $3,74\%$ dan pada suhu $277,8^\circ\text{C}$ terjadi penurunan massa sebesar $49,75\%$. Proses ini menunjukkan adanya dehidrasi atau pelepasan H_2O . Diharapkan bahwa sebagian struktur *hydrotalcite* runtuh pada proses dehidrasi ini.



Gambar 7. Analisis termal Mg/Al *hydrotalcite* DTA dan TGA

Frost *et al.*(2008) menyebutkan bahwa terdapat air pada lingkungan yang berbeda dalam struktur *hydrotalcite*. Menurut Frost, terdapat: (a) Ikatan bebas air, jenis air ini hilang pada temperatur rendah antara 29-77 °C, (b) Hidrogen air terikat pada dirinya sendiri dalam ruang *interlayer* dan (c) Hidrogen air terikat pada permukaan hidroksil *hydrotalcite*. Air tipe *b* hilang antara 77 dan 170°C dan air tipe *c* antara 170 dan 235°C. Suhu yang diperlukan untuk menghapus tipe molekul air *b* dan *c* menunjukkan seberapa kuat ikatan hidrogen antara air pada permukaan hidroksil *hydrotalcite*.

Sehingga penurunan massa yang terjadi pada suhu 41,8 °C merupakan pelepasan ikatan bebas air sedangkan pelepasan ikatan hidrogen air antar sesamanya pada ruang *interlayer* dan pemutusan ikatan hidrogen air pada permukaan hidroksil *hydrotalcite* terjadi pada suhu sekitar 63°C dan 277,8°C.

Dekarboksilasi *hydrotalcite* terjadi melalui dua tahap isothermal pada suhu antara 330°C dan 371°C dan non-isothermal antara 371°C dan 541°C (Frost *et al.*, 2008). Pada hasil analisa munculnya puncak pada 278°C dan 323°C disertai dengan munculnya puncak endotermik pada 498,9°C

menunjukkan adanya dekarbonasi dari struktur Mg/Al *hydrotalcite*. Pada proses ini terjadi penghapusan ion karbonat sebagai CO₂ dan diikuti penurunan massa sebesar 18,46%. Analisis ini menunjukkan bahwa *hydrotalcite* hasil sintesis mengandung gugus OH, H₂O, dan CO₃²⁻ (Herald et al., 2006).

4. Surface Area Analyzer (SAA)

Surface Area Analyzer (SAA) merupakan salah satu alat utama dalam karakterisasi material, khususnya berfungsi untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material dan isotherm adsorpsi suatu gas pada suatu bahan. Adsorpsi desorpsi nitrogen digunakan untuk menentukan luas permukaan suatu padatan, yaitu fisisorpsi suatu gas inert seperti nitrogen, kemudian ditentukan berapa banyak molekul yang dibutuhkan untuk memenuhi seluruh permukaan membentuk lapisan tunggal. Luas suatu permukaan atau porositas dapat dicapai dengan mengetahui isotherm adsorpsinya, ketika kuantitas dari adsorbat (bahan yang diserap) pada permukaan material dapat diukur dalam kisaran tekanan relatif yang lebar pada suhu konstan maka akan menghasilkan sebuah *isotherm*.

Banyak teori dan model perhitungan yang dikembangkan untuk mengubah data yang dihasilkan berupa jumlah gas yang diserap pada berbagai tekanan dan suhu tertentu (*isotherm*) menjadi data *surface area*, *pore radius*, *pore volume* dan lain sebagainya. Teori yang digunakan dalam penelitian ini adalah BET dan BJH. Dari hasil analisa menggunakan adsorpsi gas nitrogen pada temperature 77,3 K dengan menggunakan instrument Quantachrome Corporation (Nova Station A) diperoleh hasil berikut:

Tabel 6. Data analisa permukaan Mg/Al *hydrotalcite*

| Parameter | Metode BET | Metode BJH |
|----------------------------|---------------------------|---------------------------|
| <i>Surface area</i> | 120,543 m ² /g | 140,422 m ² /g |
| <i>Pore volume</i> | - | 0,540 cc/g |
| <i>Pore radius</i> | - | 28,438 Å |
| <i>Average pore radius</i> | | 8,8558 e ⁺¹ Å |
| <i>Total pore volume</i> | | 5,338 e ⁺¹ Å |

Dari data diatas diketahui bahwa *specific surface area* Mg/Al *hydrotalcite* sebesar 120,543 m²/g dan *pore radius* sebesar 28,438 Å. Orthman *et al.*(2003) menyebutkan *specific surface area* Mg/Al *hydrotalcite* (rasio molar Mg/Al 2,36) menggunakan metode BET sebesar 186,8 m²/g. Kovanda *et al.*, (2005) menyebutkan *surface area* dari *hydrotalcite* sebesar 80-90 m²/g. Sedangkan Kang *et al.*(2005) menyebutkan *surface area Layered Double hydroxide (LDH)* sebesar 146,4 m²/g. Sementara itu Labajos *et al.*(1992) menyebutkan *specific surface area* Mg/Al *hydrotalcite* dengan rasio molar Mg/Al 1,89 sebesar 115 m²/g. Data *specific surface area* Mg/Al *hydrotalcite* *brine water* tiruan hasil sintesis menunjukkan nilai yang dekat dengan hasil penelitian peneliti-peneliti sebelumnya.

Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan dapat dikelompokkan dalam mesopori karena memiliki *pore radius* antara 10-100 Å. Dan memiliki *surface area* sedang.

5. X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisa fluoresensi sinar-x bertujuan untuk mengetahui dan mengukur kandungan unsur-unsur yang terdapat dalam suatu senyawa atau mineral. Analisa ini didasarkan pada pencacahan sinar x yang dipancarkan oleh suatu unsur akibat pengisian kembali kekosongan elektron pada orbital yang lebih dekat dengan inti (karena terjadinya eksitasi elektron) oleh elektron yang terletak pada orbital yang lebih luar. setiap unsur akan menunjukkan *peak* yang karakteristik yang merupakan landasan dari uji kualitatif untuk unsur-unsur yang ada sampel (Sumantry, 2010).

Dalam penelitian ini tujuan analisa menggunakan XRF dikhususkan untuk mengetahui bahwa didalam senyawa Mg/Al *hydrotalcite* hasil sintesis dari *brine water* tiruan, tidak mengandung unsur-unsur logam berbahaya, sehingga senyawa hasil sintesis ini dikatakan aman sebagai sediaan antasida.

Analisa kandungan logam dalam Mg/Al *hydrotalcite* dilakukan dengan menggunakan *x-ray fluorescence* (Bruker) dengan metode langsung atau tanpa

preparasi awal sampel. Data terbaca berupa oksida-oksida logam seperti ditunjukkan dalam Tabel 7.

Tabel 7. Hasil analisa XRF Mg/Al *hydrotalcite brine water* tiruan

| Formula | Konsentrasi |
|--------------------------------|-------------|
| Al ₂ O ₃ | 77,67 % |
| MgO | 17,74 % |
| SO ₃ | 1,42 % |
| P ₂ O ₅ | 0,82 % |
| SiO ₂ | 0,67 % |
| CaO | 0,67 % |
| Cl | 0,48 % |
| K ₂ O | 0,15 % |
| Fe ₂ O ₃ | 0,08 % |
| ZnO | 0,07 % |
| La ₂ O ₃ | 0,05 % |
| TiO ₂ | 0,05 % |
| CuO | 0,04 % |
| Nd ₂ O ₃ | 0,02 % |

Dari tabel hasil analisa diatas, terlihat bahwa komposisi utama dari Mg/Al *hydrotalcite brine water* tiruan berupa Al₂O₃ dan MgO, yang merupakan bahan dasar pembuatan senyawa Mg/Al *hydrotalcite*. Dari komposisi diatas tidak terlihat adanya komponen berupa logam berbahaya.

Keberadaan komponen utama berupa oksida logam Al₂O₃ sebesar 77,67% dapat dijelaskan merupakan indikasi terbentuknya senyawa Al(OH)₃ yang terdapat bersamaan dengan kristal Mg/Al *hydrotalcite*. Data ini didukung oleh data XRD yang menunjukkan adanya *peak 2* pada 20,42° yang merupakan Al(OH)₃. Kepadatan komponen CaO sebesar 0,67% menunjukkan bahwa dalam proses pengendapan ion Ca²⁺ belum maksimal, dengan kata lain masih terdapat sisa ion belum terendapkan, hal ini sesuai dengan hasil analisa AAS yang menunjukkan konsentrasi ion Ca²⁺ dalam filtrat *brine water* sebesar 20,336 ppm. Adapun kandungan logam-logam oksida lain seperti Fe₂O₃, ZnO,

La_2O_3 , TiO_2 , CuO dan Nd_2O_3 diperkirakan merupakan impuritis yang bersumber dari bahan awal pembuatan larutan *brine water* tiruan.

C. Penentuan Nilai Kapasitas Penetrilan Asam

Penentuan kapasitas penetralan asam dari Mg/Al *hydrotalcite* dilakukan dengan modifikasi karakter fisika dari sampel terlebih dahulu. Modifikasi karakter fisika Mg/Al *hydrotalcite* dilakukan dengan mendistribusi ukuran partikelnya dengan metode pengayakan. Pengayakan dilakukan untuk menentukan distribusi ukuran partikel sehingga diperoleh tiga fraksi utama yaitu H_1 , H_2 dan H_3 pembagian ini berdasarkan pertimbangan bahwa dalam setiap kali pengayakan jumlah fraksi yang terbanyak terdistribusi disetiap ukuran ayakan tersebut (Gunawan, 2008).

Dari hasil pengayakan diperoleh distribusi ukuran partikel untuk H_1 (100-200 *mesh*) sebanyak 46,17%, H_2 (200- 250 *mesh*) sebanyak 27,88% dan H_3 (< 250 *mesh*) 25,94%. Persentase dihitung terhadap berat total Mg/Al *hydrotalcite*. Setelah sampel didistribusikan dalam tiga fraksi tersebut, kemudian dilakukan penentuan kapasitas penetralan asam.

Kapasitas penetralan asam didefinisikan sebagai jumlah *miliequivalent* HCl untuk mempertahankan 1 ml suspensi antasida pada pH 3 dalam waktu dua jam secara *invitro* (Troy *et al.*, 2005). Penetapan KPA dari sampel Mg/Al *hydrotalcite* dilakukan pada semua ukuran distribusi sesuai dengan monografi *hydrotalcite*.

Larutan uji dititrasi menggunakan larutan standar NaOH 0,1 M sehingga diperoleh volume NaOH yang digunakan untuk mencapai pH 3,5. Dari perhitungan kemudian diperoleh kesetaraan *mol* antara NaOH dengan asam klorida, jumlah ini merupakan kelebihan asam yang belum dinetralkan oleh *hydrotalcite*. Dalam metode yang tertera pada British Pharmacopeia 2009, diasumsikan bahwa pencampuran larutan *hydrotalcite* dan asam klorida pada suhu larutan 37 °C, merupakan simulasi dari kondisi asam lambung yang berlebih, sehingga penambahan larutan Mg/Al *hydrotalcite* (sebagai basa) akan menetralkan kelebihan asam tersebut.

Nilai KPA diperoleh dengan mengurangi *mol* asam klorida yang ditambahkan dengan kelebihan asam yang setara dengan *mol* NaOH, sehingga diperoleh sisa kelebihan asam (perhitungan nilai KPA dapat dilihat dalam lampiran 13). Metode serupa dikenakan pada salah satu antasida komersial yang terstandarisasi secara farmasi sebagai pembandingan. Diperoleh data nilai Kapasitas Penetralan Asam (KPA) berikut:

Tabel 8. Nilai KPA Mg/Al *hydrotalcite* dan antasida komersial

| Mg/Al <i>hydrotalcite</i> | KPA (meq) | <i>Hydrotalcite</i> komersial* | KPA (meq)* |
|--|-----------|---------------------------------------|------------|
| H ₁ (100- 200 <i>mesh</i>) | 6,33 | X ₁ (100-140 <i>mesh</i>) | 5,05 |
| H ₂ (200- 250 <i>mesh</i>) | 6,60 | X ₂ (140-270 <i>mesh</i>) | 4,99 |
| H ₃ (< 250 <i>mesh</i>) | 6,67 | X ₃ (< 270 <i>mesh</i>) | 5,23 |
| Antasid komersial | 7,91 | | |

Sumber: *Gunawan (2008)

Ukuran partikel dari Mg/Al *hydrotalcite* tidak berpengaruh signifikan terhadap kapasitas penetralan asam. Khususnya pada fraksi H₂ dan H₃ yang memiliki selisih KPA sangat kecil. Mg/Al *hydrotalcite* memiliki nilai kapasitas penetralan asam yang lebih tinggi jika dibandingkan *hydrotalcite* komersial pada rentang distribusi yang tidak jauh berbeda, dan sedikit lebih rendah dibandingkan dengan nilai KPA dari salah satu antasida komersial terstandarisasi farmasi yang tidak mengandung *hydroralcite*.

BAB V KESIMPULAN

A. Kesimpulan

1. Senyawa yang disintesis dari larutan *brine water* tiruan merupakan Mg/Al *hydrotalcite* dengan ciri-ciri adanya gugus OH *stretching* dari lembaran-lembaran *hydrotalcite* pada 3523 cm^{-1} dan molekul air didaerah antar lapis, serta anion karbonat bebas dan logam oksida Mg-O masing-masing pada bilangan gelombang 1359 cm^{-1} dan $401\text{-}449\text{ cm}^{-1}$. Kristal Mg/Al *hydrotalcite* dicirikan dengan adanya refleksi bidang d_{003} , d_{006} , d_{009} pada nilai 2θ $11,7^\circ$; $23,7^\circ$ dan $35,1^\circ$. Analisa dengan *simultaneous* TG-DTA menunjukkan puncak endotermis dimana terjadi pelepasan gugus hidroksi pada $41,8^\circ\text{C}$; 63°C ; $277,8^\circ\text{C}$ dan karbonat pada $498,9^\circ\text{C}$ dengan penurunan masa sebesar 2,86%; 3,74%; 49,75% dan 18,46%. Luas muka Mg/Al *hydrotalcite* sebesar $120,543\text{ m}^2/\text{g}$ dengan *pore radius* sebesar $28,438\text{ \AA}$ menunjukkan daerah range mesopori. Dan tidak terdapat logam-logam berat dalam jumlah berbahaya pada senyawa Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan.
2. Ukuran distribusi partikel tidak berpengaruh signifikan terhadap nilai KPA Mg/Al *hydrotalcite*.
3. Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan memiliki kemampuan penetralan asam kurang baik dibandingkan antasida komersial yang terstandarisasi secara farmasi. Namun lebih baik dari *hydrotalcite* komersial yang terstandarisasi secara farmasi.

B. SARAN

Perlu dilakukan studi lanjut mengenai pengendapan ion Ca^{2+} dalam preparasi *brine water* sebagai bahan dasar sintesis Mg/Al *hydrotalcite*, sehingga jumlah ion magnesium yang ikut terendapkan ditekan seminimal mungkin. Diperlukan pula studi mengenai pencucian endapan *hydrotalcite* yang lebih efektif dan dapat menghindari terbentuknya senyawa pengotor. Kemudian diperlukan penelitian lanjut mengenai modifikasi karakter fisika Mg/Al *hydrotalcite* dari *brine water* tiruan untuk mengoptimalkan kemampuan penetralan asamnya sehingga memiliki daya tawar tinggi sebagai alternatif sediaan antasida.

