

Kalsinasi dan *freeze drying* hidrotalsit untuk meningkatkan kapasitas penetralan asam

Freeze drying and calcining hydrotalcite for improving acid neutralizing capacity

Deny Puriyani Azhary^{*}, Sundani Nuroso Soewandhi dan Saleh Wikarsa

Sekolah Farmasi, Institut Teknologi Bandung

Abstrak

Kapasitas penetralan asam (KPA) merupakan salah satu faktor yang penting dalam menentukan efektivitas sediaan antasid. Setiap sediaan antasid memiliki kekuatan yang berbeda tergantung dari nilai KPA-nya masing-masing. Penelitian ini bertujuan untuk memodifikasi sifat fisikokimia hidrotalsit sebagai antasid untuk meningkatkan kapasitas penetralan asamnya. Hidrotalsit di-*freeze drying* dan dikalsinasi pada suhu 100, 200, 300 dan 500 °C. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD), *scanning electron microscope* (SEM) dan ditentukan kapasitas penetralan asam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa *freeze drying* dan kalsinasi hidrotalsit pada suhu 200, 300 dan 500 °C meningkatkan kapasitas penetralan asamnya. Difraktogram menunjukkan terjadi perubahan sifat fisikokimia hidrotalsit yang dikalsinasi. Kalsinasi pada suhu 200 °C menunjukkan penurunan intensitas puncak, sedangkan kalsinasi pada suhu 300 dan 500 °C menunjukkan hilangnya puncak-puncak dan munculnya puncak baru pada 2θ yang berbeda.

Kata Kunci: Kapasitas penetralan asam, hidrotalsit, kalsinasi, XRD, SEM

Abstract

Acid neutralizing capacity (ANC) is one of the important factor on effectivity determination of antacid dosage forms. Antacid dosage forms have different values depend on their ANC. The objective of this research was to modified physical and chemical properties of hydrotalcite which can increase its acid neutralization capacity. Hydrotalcite was treated by freeze drying and calcination at different temperature 100, 200, 300, and 500°C. This hydrotalcite was characterized by X-Ray Diffractometer (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM); and was determined acid neutralization capacity. The results showed that acid neutralization capacity of hydrotalcite increased after it was freeze dried and calcined at 200, 300 and 500 °C. The result of XRD for the hydrotalcite calcined at 200 °C have showed the lower intensity of peaks, whereas the calcination at 300 and 500 °C were disappeared and appeared new peaks at different 2θ .

Key words: Acid neutralization capacity, hydrotalcite, calcination, XRD, SEM

Pendahuluan

Antasid adalah obat yang bereaksi dengan asam hidroklorida membentuk garam dan air. Sifat antasid yang baik salah satunya ditentukan oleh nilai kapasitas penetralan asam (KPA) yang tinggi. Kapasitas penetralan asam ini dipengaruhi oleh jenis zat aktif, bentuk kristal, pensuspensi, kandungan air dan jenis desintegran (Troy, 2005; Gainotti, 2006; Gadad, 2006). Berdasarkan kandungan kimia dan

strukturnya, antasid dikelompokkan menjadi golongan karbonat dan hidrogen karbonat seperti $MgCO_3$, $CaCO_3$, $NaHCO_3$; golongan hidroksil seperti $Mg(OH)_2$ dan $Al(OH)_3$; serta golongan senyawa yang memiliki struktur berlapis seperti hidrotalsit dan magaldrat.

Hidrotalsit atau $(Mg_6Al_2(CO_3)(OH)_{16}\cdot 4(H_2O))$ merupakan suatu *clay* anionik dengan ciri khas berupa suatu struktur berlapis yang akan menjadi licin jika dibasahi. Lapisan-

lapisan hidrotalsit merupakan lapisan hidroksil dengan anion dan molekul air terletak antar lapisannya (Bejoy, 2001).

Hidrotalsit yang dikalsinasi pada suhu tinggi ($> 220\text{ }^{\circ}\text{C}$) akan berubah strukturnya menjadi lebih berpori dan meningkatkan kebasannya (Occelli *et al.*, 2003), juga akan menghilangkan kandungan air dan anion-nya (Bera, 1999), serta menghilangkan struktur lapisan-lapisannya. Proses kalsinasi adalah suatu perlakuan termal yang diaplikasikan biasanya pada bijih besi dan materi padat lainnya yang bertujuan untuk menghilangkan fraksi yang mudah menguap (Gunawan, 2008).

Percobaan ini bertujuan untuk meneliti pengaruh modifikasi sifat fisiko kimia hidrotalsit terhadap kapasitas penetralan asamnya.

Metodologi

Bahan

Hidrotalsit (PT. Kalbe Farma tbk. Batch no. L50918), asam hidroklorida 0,1 M, natrium hidroksida 0,1 M, larutan kalium hidrogen ftalat 0,1 M, air suling, indikator larutan fenolftalein dan zat kimia lain yang biasa digunakan untuk analisis serta pemeriksaan bahan baku sesuai dengan pustaka rujukan.

Alat

X-ray Powder Diffractometer (X'Pert Pro MRD type PW 3050/60 PAN analytic), *Scanning Electron Microscope* (Jeol JSM-636 OLA), *Furnace* (Nabertherm), Pengayak otomatis (Retsch®), termostat (RM 6 Lauda), pH meter (Hanna® instruments), buret, klem dan alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium analitik.

Jalannya penelitian

Tahap pertama penelitian adalah pengayakan hidrotalsit untuk mendapatkan ukuran partikel yang seragam (50- 100 μm).

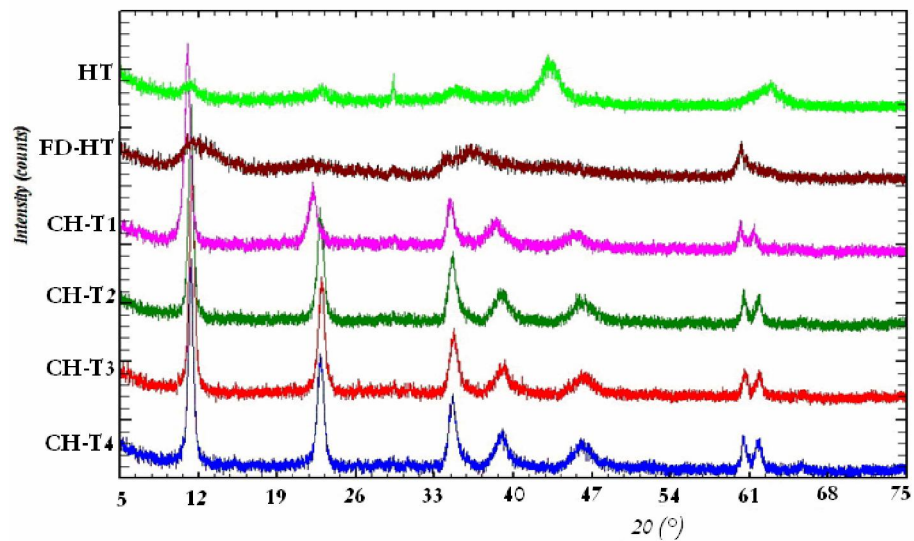
Kemudian hidrotalsit hasil pengayakan (HT) dibagi menjadi 5 kelompok, yaitu kelompok 1 (HT) tanpa perlakuan, kelompok 2 (HT) yang di-*freeze drying* (disebut (FD-HT)), kelompok 3 (HT) yang dikalsinasi pada suhu $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (disebut (C-HT1)), kelompok 4 (C-HT2), 5 (C-HT3) dan 6 (C-HT4) masing-masing adalah (HT) yang dikalsinasi pada suhu 200, 300 dan $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Kalsinasi dilakukan selama 4 jam.

Setelah itu, hidrotalsit yang sudah dikalsinasi dan di-*freeze drying*, dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X dan *Scanning Electron Microscope* serta ditentukan nilai KPA nya.

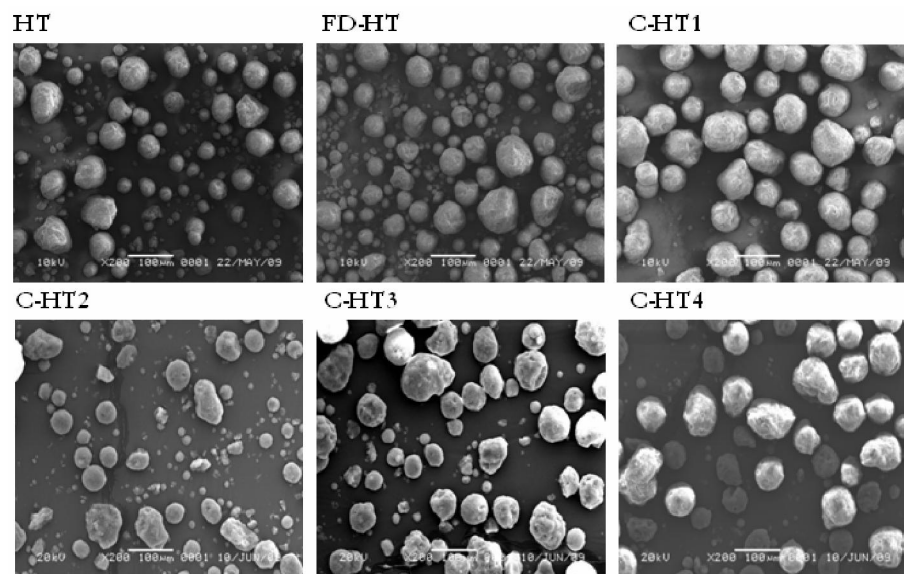
Hasil dan Pembahasan

Hasil difraksi sinar-X FD-HT dan C-HT1 memberikan pola yang identik dengan HT. Sementara itu untuk CHT2 menunjukkan puncak-puncak yang semakin melebar pada $2\theta = 11,37^{\circ}$ dan $22,82^{\circ}$. Hal ini mendukung kemungkinan telah adanya struktur amorf pada C-HT2. Sedangkan pada C-HT3 dan C-HT4 memberikan pola yang berbeda dibandingkan HT dengan hilangnya puncak-puncak tertinggi dan timbul puncak-puncak baru pada 2θ yang berbeda (Gambar 1.). Hilangnya puncak-puncak tertinggi ini menunjukkan rusaknya struktur lapisan hidrotalsit (Erickson, 2004). Sedangkan puncak-puncak baru yang terbentuk pada $2\theta = 36,9^{\circ}$, $42,3^{\circ}$ dan $62,3^{\circ}$ menunjukkan terbentuknya MgO (Ramli, *et al.*, 2007) dan MgAl_2O_4 (Bera, 1999).

Bentuk dan ukuran partikel hidrotalsit yang belum mengalami perlakuan dan setelah perlakuan (*freeze drying* dan kalsinasi) dapat dilihat dari hasil foto SEM pada Gambar 2. Gambar ini secara umum menunjukkan rata-rata ukuran partikel HT, FD-HT, C-HT2, C-HT3 dan C-HT4 berkisar antara 30 – 40 μm . Sedangkan C-HT1 menunjukkan rata-rata ukuran partikel 60 μm .



Gambar 1. Pola XRD hidrotalsit sebelum dan setelah perlakuan.



Gambar 2. Foto SEM dengan perbesaran 200x yang menunjukkan bentuk dan ukuran partikel hidrotalsit sebelum dan setelah perlakuan.

Hasil penentuan kapasitas penetralan asam seperti yang terlihat pada Tabel I menunjukkan bahwa nilai KPA HT sebesar $9,92 \pm 0,11$ meq/gram. KPA FD-HT sebesar $10,08 \pm 0,05$ meq/gram, sedangkan C-HT1, C-HT2, C-HT3 dan C-HT4 masing-masing memberikan nilai KPA sebesar $9,87 \pm 0,07$; $10,96 \pm 0,07$; $11,93 \pm 0,15$ dan $12,73 \pm 0,04$ meq/gram. Nilai KPA hidrotalsit yang

dikalsinasi cenderung meningkat dengan meningkatnya suhu. Sedangkan nilai KPA C-HT1 yang lebih kecil dibandingkan HT kemungkinan diakibatkan ukuran partikelnya yang lebih besar dibandingkan HT, sehingga mengurangi daerah permukaan yang efektif (Gunawan 2008, dan Soewandhi, 2005).

Pengolahan data nilai KPA dengan menggunakan uji statistik pada tingkat

Tabel I. Nilai KPA hidrotalsit sebelum dan setelah perlakuan

Bahan	Rata-rata KPA (meq/g)*
Hidrotalsit (HT)	9,92 ± 0,11
Hidrotalsit di- <i>freeze drying</i> (FD-HT)	10,08 ± 0,05
Hidrotalsit dikalsinasi 100 °C (C-HT1)	9,87 ± 0,07
Hidrotalsit dikalsinasi 200 °C (C-HT2)	10,96 ± 0,07
Hidrotalsit dikalsinasi 300 °C (C-HT3)	11,93 ± 0,15
Hidrotalsit dikalsinasi 500 °C (C-HT4)	12,73 ± 0,04

*Rata-rata ± SD; n = 3

Pengolahan data nilai KPA dengan menggunakan uji statistik pada tingkat kepercayaan ($t = 0,05$) menunjukkan terdapat perbedaan yang bermakna antara nilai rata-rata KPA HT dan FD-HT. Hal ini berarti bahwa proses *freeze drying* memberikan pengaruh pada nilai KPA hidrotalsit. Demikian pula untuk HT dan C-HT1, HT dan C-HT2, HT dan C-HT3, serta HT dan C-HT4 menunjukkan terdapat perbedaan yang bermakna. Hal ini berarti bahwa proses kalsinasi pada suhu 100, 200, 300 dan 500 °C memberikan pengaruh pada nilai KPA hidrotalsit.

Tabel II. Nilai KPA kombinasi hidrotalsit dengan Mg(OH)₂, sebelum dan setelah dikalsinasi pada suhu 500 °C

Bahan	KPA (meq/g)	KPA (meq/g) setelah dikalsinasi 500 °C
HT + Mg(OH) ₂ (1 : 9)	11,41	11,67
HT + Mg(OH) ₂ (3 : 7)	10,40	11,48
HT + Mg(OH) ₂ (1 : 1)	11,59	11,71
HT + Mg(OH) ₂ (7 : 3)	10,36	11,30
HT + Mg(OH) ₂ (9 : 1)	10,26	10,86

kepercayaan ($t = 0,05$) menunjukkan terdapat perbedaan yang bermakna antara nilai rata-rata KPA HT dan FD-HT. Hal ini berarti bahwa proses *freeze drying* memberikan pengaruh pada nilai KPA hidrotalsit. Demikian pula untuk HT dan C-HT1, HT dan C-HT2, HT dan C-HT3, serta HT dan C-HT4 menunjukkan terdapat perbedaan yang bermakna. Hal ini berarti bahwa proses kalsinasi pada suhu 100, 200, 300 dan 500 °C memberikan pengaruh pada nilai KPA hidrotalsit.

Di pasaran, sediaan antasid yang mengandung hidrotalsit biasanya dikombinasikan dengan Mg(OH)₂. Tabel II menunjukkan nilai KPA kombinasi hidrotalsit dengan Mg(OH)₂ dalam beberapa perbandingan, sebelum dan setelah dikalsinasi pada suhu 500 °C.

Nilai KPA kombinasi hidrotalsit dan Mg(OH)₂ yang dikalsinasi pada suhu 500 °C dalam berbagai macam perbandingan, menunjukkan nilai KPA yang lebih besar dibandingkan tanpa kalsinasi.

Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa hidrotalsit yang dikalsinasi pada suhu 200, 300 dan 500 °C memiliki nilai KPA yang lebih tinggi dibandingkan hidrotalsit yang tidak dikalsinasi. Difraktogram sinar-X menunjukkan terjadi perubahan sifat fisikokimia hidrotalsit yang dikalsinasi.

Kalsinasi pada suhu 200 °C menunjukkan penurunan intensitas puncak, sedangkan kalsinasi pada suhu 300 dan 500 °C menunjukkan hilangnya puncak-puncak dan munculnya puncak baru pada 2θ yang berbeda.

Daftar Pustaka

- Aulton, 2002, *Pharmaceutics The Science of Dosage Form Design*, second edition, *Churchill Livingstone*, London, 390 – 393.
- Bejoy, N., 2001, Hydrotalcite, The Clay That Cures, *Resonance, General Article*, 57 – 61.
- Bera, P., 1999, Thermal behaviour of hydroxides, hydroxysalts and hydrotalcites, *Bull Mater Sci*, Vol. 23, No. 2, April 2000, Indian Academy of Sciences, 141–145.
- Department of Health, 2008, *The British Pharmacopeia*, *The Stationary Office under license from the Controller of Her Majesty's Stationary Office for the Department of Health on Behalf of the Health Medicines*, London, Volume I 1093 - 1094, 2226.
- Erickson, K., 2004, A study of Structural Memory Effects In Synthetic Hydrotalcites Using Environmental SEM, *Materials Letters*, 59(2-3):p.226 – 229.
- Gadad, A. P., Dandagi, P. M., Mastiholimath, V. S., Patil, M. B., Rasal, V. P., Dasankoppa, F. S., 2006, Non-chewable Antacid Formulations: Effect of Different Disintegrating Agents on Their Acid Neutralization Properties, *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 68, 269 – 273.
- Gainotti, A., Losi, E., Colombo, P., Santi, P., Sonvico, F., Baroni, D., Massimo, G., Colombo, G., and Gaudio, P. D., 2006, The Effect of Residual water on Antacid Properties of Sucralfate gel Dried by Microwave, *AAPS PharmSciTech*, 7,1, Article 9.
- Gunawan, F., 2008, Upaya Perbaikan Daya Penetralkan Asam Dari Hidrotalsit, *Skripsi*, ITB, Bandung.
- Occelli, M. L., Olivier J. P., Auroux, A., Kalwei, M., and Eckert, H., 2003, Basicity and Porosity of a Calcined Hydrotalcite-Type Material From Nitrogen Porosimetry and Adsorption Microcalorimetry Methods, *Chem. Mater*, 15, 4231 – 4238.
- Ramli, A., Farinaa, Md. J., and brahim, S., 2007, The Effect of Support On The Activity and Selectivity of MoVNbTe Catalyst For Propane Ammoxidation Reaction, *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 11,1, 124 – 132.
- Soewandhi, S. N., 2005, *Kristalografi Farmasi I*, *Penerbit ITB*, Bandung, 10, 12-13
- Troy, D., Williams, L., and Baltimore, Md. W., 2005, *Remington's The Science and Practice of Pharmacy*, 21st ed., *Lippincott Williams dan Wilkins*, Baltimore Maryland, 1295

^{*)} Coresponden : Deny Puriyani Azhary
Alamat: Permata Biru AB 129 Cibiru Bandung (40264)
Email : deny.puriyani@gmail.com