

SINTESIS Ag NANO-KITOSAN DALAM PELARUT ASAM ASETAT DENGAN IRADIASI SINAR GAMMA

Gatot Trimulyadi Rekso*, Adjat Sudradjat

Pusat Aplikasi Teknologi Isotop dan Radiasi-BATAN, Jl. Lebak Bulus Raya No. 49, Jakarta-Selatan
*gatot2811@yahoo.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dosis iradiasi sinar gamma dan konsentrasi kitosan dalam pembentukan Ag nano-kitosan, yaitu dengan menggunakan kitosan yang dilarutkan dalam asam asetat sebagai penstabil Ag nano yang diiradiasi sinar gamma. Sembilan formula larutan mengandung 2 mM AgNO₃ dalam kitosan dengan konsentrasi 0,3%, 0,5%, dan 0,7% (b/v) diiradiasi dengan iradiasi sinar gamma pada dosis 5, 10, dan 15 kGy pada suhu kamar. Perlakuan yang ditentukan dari Ag nano-kitosan hasil iradiasi meliputi konsentrasi kitosan dan dosis iradiasi sinar gamma. Ag nano-kitosan yang telah terbentuk diidentifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, *particle size analyzer* (PSA), dan FT-IR. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa komposisi terbaik untuk pembuatan Ag nanopartikel dengan menggunakan konsentrasi kitosan 0,7% yang dilarutkan dalam asam asetat 2,0% dengan dosis iradiasi 15 kGy. Panjang gelombang 409 nm yang ditunjukkan merupakan ciri khas terbentuknya nano-Ag. Ukuran partikel nano-Ag yang diukur dengan *particle size analyzer* adalah 30 nm. Hasil uji dengan FT-IR menunjukkan tidak terjadi perubahan gugus fungsi pada sampel sebelum dan setelah iradiasi.

Kata kunci: nanopartikel Ag-kitosan, asam asetat, iradiasi sinar gamma

PENDAHULUAN

Nanopartikel adalah koloid padat yang memiliki ukuran dengan kisaran 1-100 nm. Nanopartikel telah diteliti secara intensif karena keunikan sifat fisik, reaktifitas kimia, dan potensi aplikasinya yang berdampak pada dunia akademi dan industri. Nanopartikel yang paling banyak menarik perhatian adalah nanopartikel logam. Logam Ag sangat menarik karena memiliki sifat yang khas dan dapat memiliki aktivitas sebagai antibakteri (Hettiarachshi., et al, 2011). Sifat antibakteri nanopartikel perak dipengaruhi oleh ukuran partikel. Semakin kecil ukuran nanopartikel perak semakin besar efek antibakterinya. Jika ukuran partikel semakin kecil, luas permukaan nanopartikel perak semakin besar untuk meningkatkan kontak mereka dengan bakteri atau jamur sehingga meningkatkan efektivitas bakterisida dan fungisida (Sharma VK, et al., 2009).

Berbagai macam metode telah dikembangkan untuk mendapatkan Ag nanopartikel dengan berbagai ukuran dan bentuk yang stabil dalam waktu yang cukup lama. Metode sintesis nanopartikel Ag, diantaranya metode reduksi kimia, radiasi gamma, pembentukan misel dan lain-lain. Metode radiasi gamma biasa digunakan dalam sintesis nanopartikel. Penggunaan metode radiasi gamma dipilih karena lebih aman dan ramah lingkungan. Metode radiasi gamma memiliki keunggulan pengerjaan yang relatif cepat, tidak beresidu, serta prosesnya dapat dikontrol (Gatot, 2014).

Saat ini penggunaan polimer alami telah menjadi perhatian cukup besar untuk menstabilkan nanopartikel perak. Salah satu polimer yang sering digunakan adalah kitosan. Kitosan merupakan polisakarida dari senyawa turunan kitin yang berasal dari kulit udang. Polisakarida dimanfaatkan untuk pembuatan nanopartikel karena biokompatibel (Modrzejwska, et

al.,2010). Kitosan memiliki keunikan sendiri dari polisakarida lain, yaitu keberadaan gugus amino pada strukturnya yang mengakibatkan kitosan bersifat kationik.

Pada penelitian sebelumnya, (Hettiarachchi, et al., 2011) telah dilakukan sintesis nanopartikel Ag dengan penstabil kitosan menggunakan iradiasi sinar gamma dengan tiga parameter yaitu konsentrasi AgNO_3 , konsentrasi polimer dengan dosis iradiasi 20 kGy serta dilihat kestabilannya dengan UV-Vis setelah 3 bulan di dalam pelarut asam asetat. Pada penelitian tersebut didapatkan hasil sampel AgNO_3 dengan konsentrasi 2 mM dalam konsentrasi kitosan 0,5% (b/v) efektif menghasilkan kestabilan. Pada penelitian (Solomon., et al, 2007) telah dilakukan sintesis nanopartikel Ag dengan cara reduksi menggunakan NaBH_4 dan kitosan sebagai agen penstabil dengan pelarut asam asetat. Pada penelitian ini disintesis Ag nano-kitosan dengan memvariasikan konsentrasi polimer yaitu 0,3% (b/v), 0,5% (b/v), dan 0,7% (b/v) dan memvariasikan dosis iradiasi 5 kGy, 10 kGy dan 15 kGy dengan menggunakan pelarut asam asetat 0,2% (v/v) dengan tujuan mengetahui pembentukan Ag nano-kitosan yang optimal dengan memvariasikan dosis iradiasi dan konsentrasi kitosan dengan pelarut asam asetat.

METODE PENELITIAN

Tempat penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Biomaterial, Bidang Proses Radiasi, Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi (PAIR), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Jl. Lebak Bulus Raya No. 49, Pasar Jumat, Jakarta Selatan 12440.

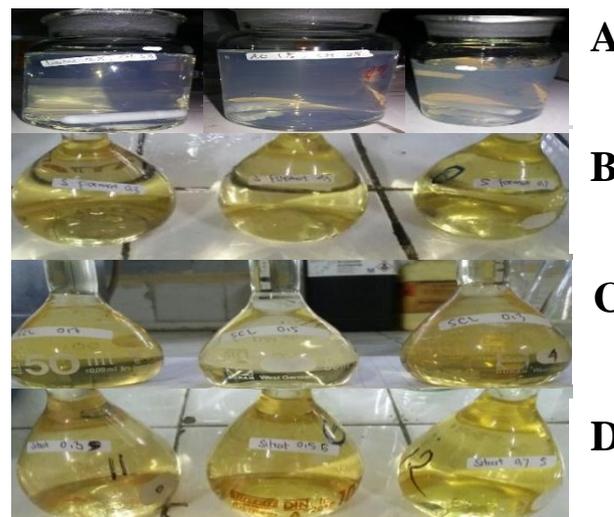
Alat dan bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik NW 300, iradiator Co-60, Spektrofotometer UV-Vis Cary 100, *particle size analyzer* (PSA) Delsa Max, FT-IR (Agilent), *magnetic stirrer* (Heidolph), *stopwatch*. Bahan yang digunakan pada penelitian adalah AgNO_3 (Merck), kitosan (Biotech), asam asetat (Merck), dan akuades.

Prosedur kerja

Disiapkan kitosan 300 mg, 500 mg, dan 700 mg. Masing-masing ditambahkan dengan 2 mL asam asetat dan sebagian akuades diaduk sampai homogen, disaring dengan kertas Whatman no. 3 untuk menghilangkan jejak fraksi tidak larut, ditambahkan 34 mg AgNO_3 dan 100 mL akuades, diaduk dengan kecepatan 300 rpm selama 15 menit. Masing-masing dikemas ke dalam

kantong plastik polipropilen (PP) untuk selanjutnya diiradiasi sinar gamma.



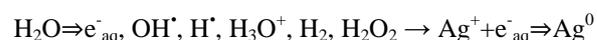
Gambar 1. Sampel sebelum iradiasi (A) dan sampel setelah iradiasi pada dosis 5 kGy (B), 10 kGy (C), 15 kGy (D).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ag nano-kitosan

Ag nano-kitosan yang telah diiradiasi sinar gamma terjadi perubahan warna menjadi kuning pucat. Perubahan warna tersebut terjadi karena AgNO_3 yang tereduksi akibat adanya elektron terlarut hasil dari radiolisa air akibat radiasi sinar gamma.

Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada reaksi di bawah ini:



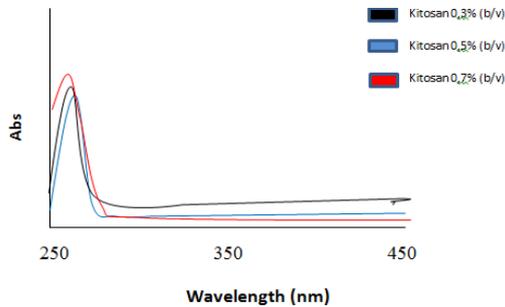
Pengukuran panjang gelombang Ag Nano-kitosan dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

1. Hasil spektrum UV-Vis sampel tanpa iradiasi

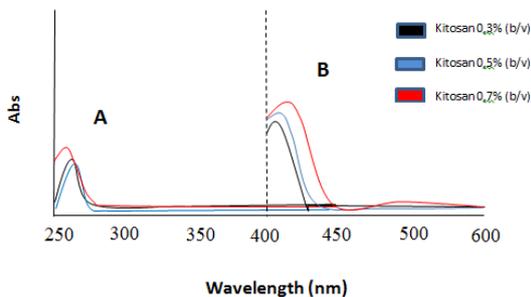
Dari gambar 2 tampak bahwa pada spektrum sampel yang tanpa iradiasi sinar gamma menunjukkan bahwa pada konsentrasi kitosan 0,3% (b/v) menghasilkan panjang gelombang 265 nm, konsentrasi kitosan 0,5% (b/v) menghasilkan panjang gelombang 269 nm, dan konsentrasi kitosan 0,7% (b/v) menghasilkan panjang gelombang 271 nm. Hasil tersebut membuktikan bahwa tanpa iradiasi tidak dihasilkan pembentukan nanopartikel-Ag (perak) dimana pembentukan nanopartikel perak terjadi pada panjang gelombang antara 400 nm sampai 450 nm (Solomon., et al, 2007).

2. Hasil spektrum UV-Vis dengan iradiasi sinar gamma

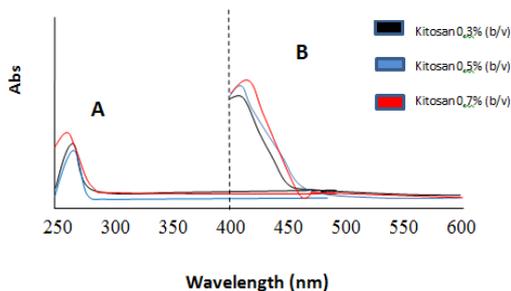
Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis nanopartikel perak memberikan puncak absorpsi pada panjang gelombang di sekitar 400-450 nm yang merupakan puncak serapan khas nanopartikel perak. Hasil pengukuran Ag nano-kitosan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat terlihat pada Gambar 3, 4, dan 5.



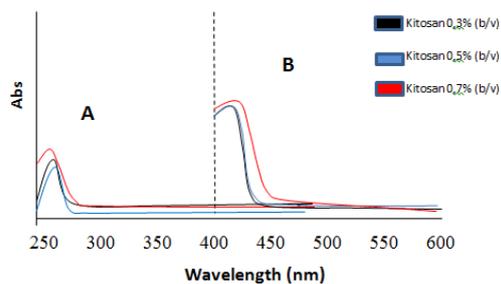
Gambar 2. Spektrum UV-Vis Ag nano-kitosan tanpa iradiasi



Gambar 3. Spektrum UV-Vis Ag nano-kitosan pada dosis radiasi 5 kGy (B) dan tanpa iradiasi (A)



Gambar 4. Spektrum UV-Vis Ag nano-kitosan pada dosis radiasi 10 kGy (B) dan tanpa iradiasi (A)



Gambar 5. Spektrum UV-Vis Ag nano-kitosan pada dosis radiasi 15 kGy (B) dan tanpa iradiasi (A)

Tabel 1
Data hasil Spektrofotometri UV-Vis dengan iradiasi

Dosis Iradiasi (kGy)	Konsentrasi Kitosan (% b/v)	Panjang Gelombang (nm)
5	0,3	402
	0,5	405
	0,7	407
10	0,3	405
	0,5	407
	0,7	408
15	0,3	408
	0,5	408
	0,7	409

Dari Gambar 2, 3, 4, dan 5 dapat dilihat adanya perbedaan spektrum UV-Vis Ag nano-kitosan. Pada Ag nano-kitosan sebelum iradiasi terlihat puncak serapan pada panjang gelombang 265-271 nm, sedangkan Ag nano-kitosan setelah iradiasi memperlihatkan puncak serapan pada panjang gelombang antara 402 sampai 409 nm. Terjadi pergeseran batokromik pada Ag nano-kitosan yang telah diiradiasi. Diduga hal ini terjadi karena terdapat gugus kromofor yang saling berhubungan sehingga serapannya menjadi lebih tinggi dan membuat panjang gelombang berpindah ke arah yang lebih panjang.

Hasil analisis spektrum UV-Vis pada Tabel 1 penelitian ini menunjukkan panjang gelombang maksimum dicapai pada 409 nm pada kitosan dengan konsentrasi 0,7% (b/v).

Analisa Ag Nano-kitosan dengan Particle Size Analyzer (PSA)

Analisa menggunakan PSA digunakan untuk menentukan ukuran rata-rata nanopartikel perak. Analisa distribusi ukuran pada partikel berdasarkan pada ukuran maksimum yang dihasilkan dalam persentase volume sampel tertentu. Menurut Jiang, et al., (2006) partikel antara 1-100 nm dikatakan sebagai nanopartikel. Sifat antibakteri nanopartikel perak dipengaruhi oleh ukuran partikel. Semakin kecil ukuran nanopartikel perak semakin besar efek antibakterinya (Sharma., et al., 2009). Jika ukuran partikel semakin kecil, luas permukaan nanopartikel perak semakin besar sehingga meningkatkan kontak mereka dengan bakteri atau jamur, serta meningkatkan efektivitas bakterisida dan fungisida.

Pengukuran Ag nano-kitosan dengan menggunakan Particle Size Analyzer (PSA)

Pada Gambar 6 ditunjukkan distribusi Ag nano-kitosan tanpa iradiasi. Hasil pengukuran pada Gambar

6 menunjukkan ukuran partikel pada sampel sebelum iradasi yang hasilnya disajikan pada Tabel 2. Dari data tersebut menunjukkan bahwa pada sampel tanpa iradasi tidak terjadi Ag nanopartikel, karena Ag nanopartikel merupakan partikel yang berukuran 1-100 nm.

Pada Gambar 7, 8, 9 ditunjukkan distribusi Ag nano-kitosan yang diiradasi pada dosis 5 kGy, 10 kGy dan 15 kGy. Terlihat dari Gambar 7, 8, dan 9 hasil analisis PSA menunjukkan bahwa ukuran partikel memiliki distribusi sempit, yaitu berarti pada masing-masing sampel partikel yang terdapat di dalamnya berukuran sama. Masing-masing ukuran partikel yang dihasilkan ditunjukkan pada Tabel 3.

Nanopartikel perak memiliki ukuran 1-100 nm. Dari hasil analisis menggunakan diameter ukuran partikel pada masing-masing sampel yang diiradasi sinar gamma menghasilkan ukuran sesuai standar yang ditetapkan, sehingga terbentuknya Ag nano-kitosan telah dapat dibuktikan.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada tiap-tiap dosis, semakin tinggi konsentrasi kitosan, semakin kecil ukuran nanopartikel. Pada konsentrasi kitosan 0,7% (b/v) didapatkan hasil ukuran nanopartikel paling kecil dibandingkan 0,5% (b/v) dan 0,3% (b/v). Hal ini terjadi karena kitosan sebagai penstabil Ag nano-kitosan, maka semakin banyak konsentrasi kitosan tidak terjadi pengendapan, sehingga ukuran nanopartikel semakin kecil. Dapat dilihat juga semakin tinggi dosis iradasi, ukuran nanopartikel

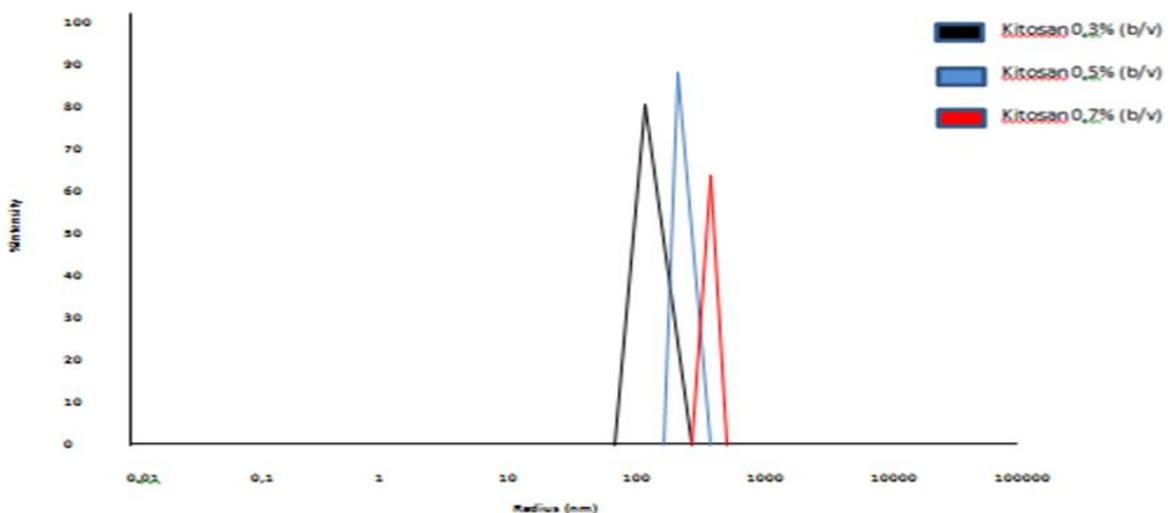
semakin kecil. Hal ini terjadi karena semakin lama proses iradasi, semakin banyak AgNO₃ yang tereduksi, sehingga ukuran menjadi nanopartikel.

Tabel 2
Hasil PSA ukuran partikel Ag nano-kitosan tanpa iradasi

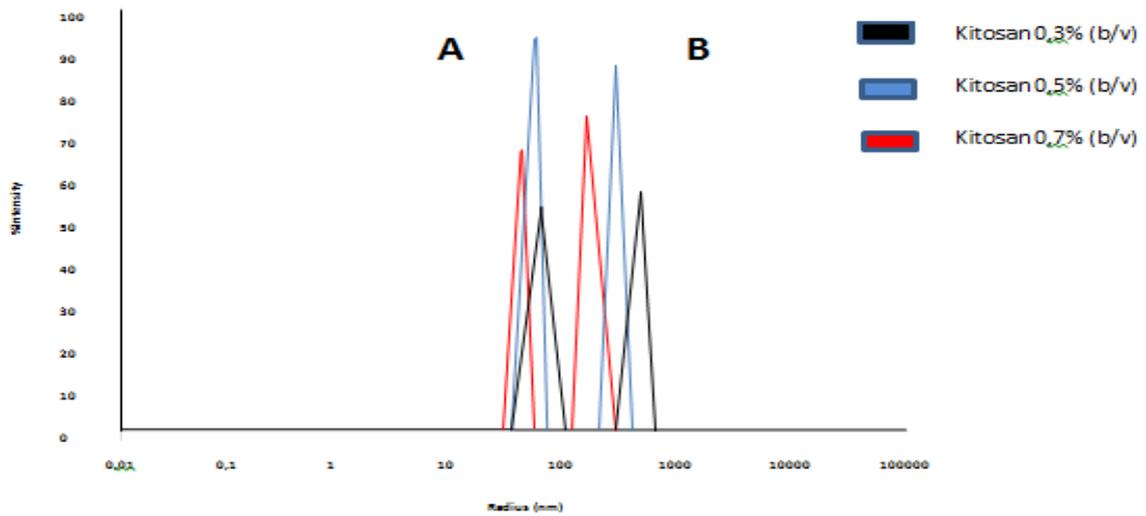
Konsentrasi Kitosan (% b/v)	Diameter Ukuran Partikel (nm)
0,3	250
0,5	232
0,7	204

Tabel 3
Hasil PSA ukuran partikel Ag nano-kitosan setelah iradasi

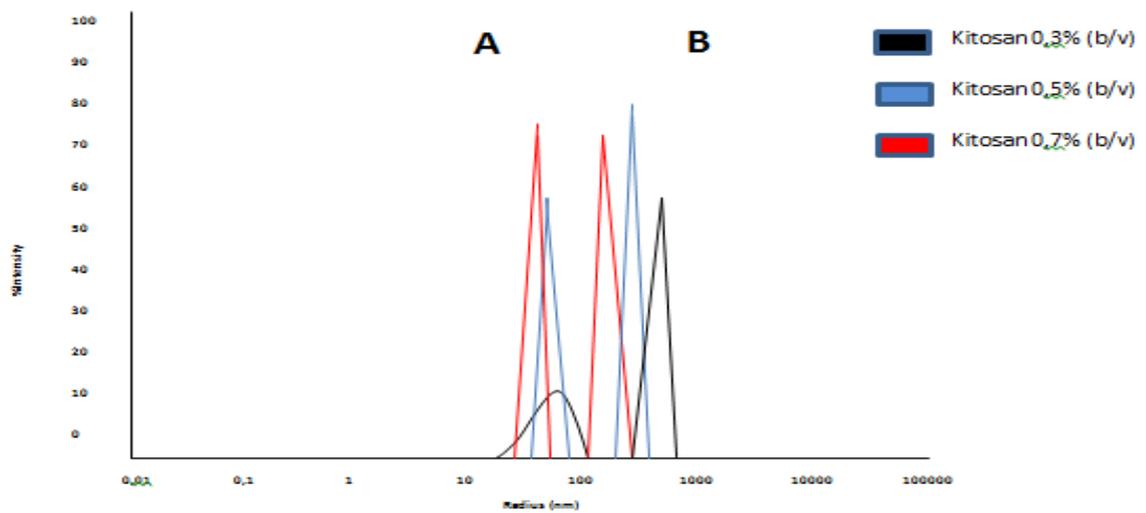
Dosis Iradasi (kGy)	Konsentrasi Kitosan (% b/v)	Diameter Ukuran Partikel (nm)
5	0,3	100
	0,5	96
	0,7	84
10	0,3	83
	0,5	77
	0,7	73
15	0,3	56
	0,5	43
	0,7	30



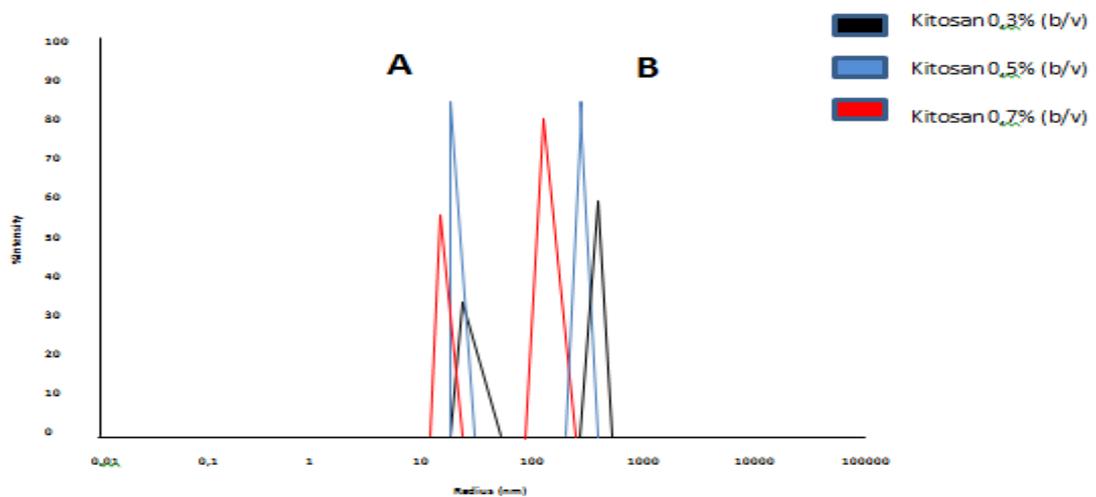
Gambar 6. Spektrum PSA Ag nano-kitosan tanpa iradasi



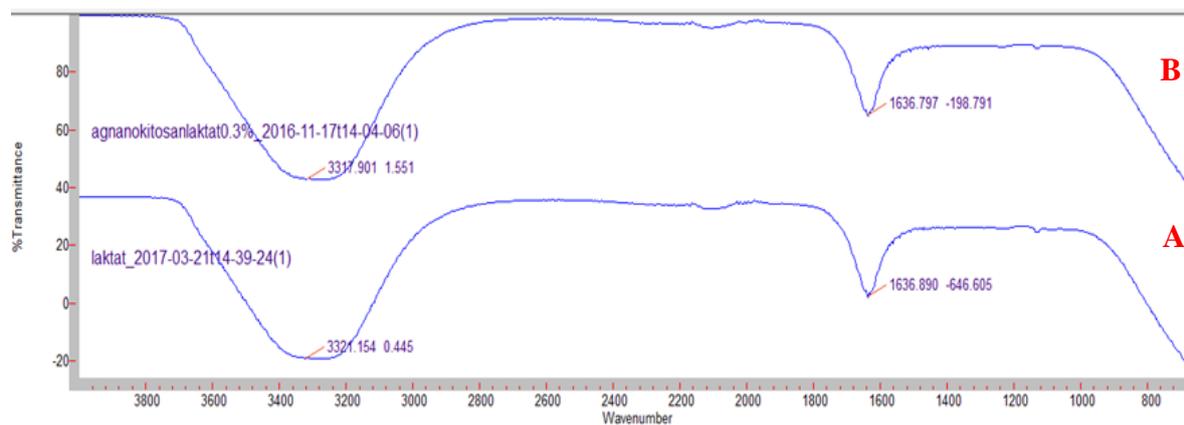
Gambar 7. Spektrum PSA Ag nano-kitosan pada dosis iradiasi 5 kGy (A) dan tanpa iradiasi (B)



Gambar 8. Spektrum PSA Ag nano-kitosan pada dosis iradiasi 10 kGy (A) dan tanpa iradiasi (B)



Gambar 9. Spektrum PSA Ag nano-kitosan pada dosis iradiasi 15 kGy (A) dan tanpa iradiasi (B)



Gambar 10. Spektrum FT-IR Ag nano-kitosan sebelum (A) dan setelah (B) iradiasi gamma

Tabel 4
Data spektrum Ag nano-kitosan sebelum dan setelah iradiasi

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang Setelah Iradiasi (cm ⁻¹)	Bilangan Gelombang Sebelum Iradiasi (cm ⁻¹)
3000-3750	O-H ulur	3317	3321
1520-1680	C=O	1636	1636
1000-1260	C-O	1115	1120

Analisa Ag Nano-kitosan dengan Fourier Transform InfraRed (FT-IR)

Analisa gugus fungsi kitosan dengan FT-IR dilakukan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi kitosan sebelum diiradiasi dan sesudah diiradiasi, karena kemungkinan adanya ikatan senyawa kompleks yang terbentuk selama proses iradiasi..

Gambar 10 menunjukkan adanya gugus -OH, C=O, dan C-O- yang dijelaskan melalui Tabel 4. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa pada rentang bilangan gelombang 3000-3750 cm⁻¹, 1520-1680 cm⁻¹, dan 1000-1260 cm⁻¹ puncak spektra FT-IR pada Ag nano-kitosan tidak terjadi perubahan baik sebelum maupun sesudah diiradiasi. Serapan pada bilangan gelombang 3000-3750 cm⁻¹ merupakan gugus fungsi OH. Tidak jadi perubahan terhadap gugus fungsi OH baik sebelum maupun sesudah diiradiasi. Serapan pada 1520-1680 cm⁻¹ menunjukkan gugus karbonil C=O yang berasal dari pelarut asam asetat dan kitosan (derajat deasetilisasi 83%) 17% sisanya merupakan gugus asetil, sedangkan serapan pada 1000-1260 cm⁻¹ menunjukkan -C-O ulur dari gugus fungsi alkohol.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan menggunakan karakterisasi Spektrofotometri UV-Vis, PSA, dan FTIR, dapat disimpulkan bahwa konsentrasi kitosan dan dosis iradiasi mempengaruhi pembentukan

Ag nanopartikel. Semakin tinggi dosis iradiasi semakin kecil ukuran nanopartikel. Konsentrasi kitosan sebagai penstabil sangat mempengaruhi ukuran nanopartikel. Semakin tinggi konsentrasi kitosan semakin kecil ukuran nanopartikel.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami ucapkan kepada rekan-rekan dari Bidang Proses Radiasi dan di Instalasi Fasilitas Iradiasi, Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi yang banyak memberikan kontribusi dan dukungan sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan lancar.

DAFTAR PUSTAKA

Filippo, E., Manno, D., & Serre, A. (2009). Poly(vinyl alcohol) capped silver nanoparticles as localized surface plasmon resonance-based hydrogen peroxide sensor. *Sensors and Actuators, B*, 138, 625-630.

Hettiarachchi, M., & Wickramarachchi, P. (2011). Synthesis of Chitosan Stabilized Silver Nanoparticles Using Gamma Ray Irradiation and Characterization. *J. Sci. Univ. Kelaniya*, 6, 65-75.

Jain, P., & Pradeep, T. (2005). Potential of silver nanoparticles -coated polyurethane foam as an antibacterial water filter. *Biotechnology and Bioengineering*, 90(1), 59-63.

Jiang, H., Moon, K., Zhang, Z., Pothukuchi, S., & Wong, C. (2006). Variable frequency microwave

- synthesis of silver nanoparticles. *Journal of Nanoparticles Research*, 8, 117-124.
- Kathirvelu, S., S. D. S., & Durai, B. (2009). UV Protection Finishing of Textiles Using ZnO Nanoparticles. *Indian Journal of Fiber and Textiles Research*, 34, 263-279.
- Ly, Y., Liu, H., Wang, Z., Liu, S., Hao, L., Sang, Y., et al. (2009). Silver Nanoparticles-decorated Porous Ceramic Composite for Water Treatment. *Journal of Membrane Science*, 3, 31-50.
- Modrzejewska, Z., Zarzycki, R., & Sielski, J. (2010). Synthesis of Silver Nanoparticles in a Chitosan Solution. *Journal Technical University of Lodz*.
- Park, H., Kim, S., Kim, H., & Choi, S. (2006). A new composition of nanosized silica-silver for control of various plant diseases. *Plant Pathology Journal*, 22(3), 295-302.
- Rekso, G. (2014). Chemical And Physical Properties Of Cassava Starch-CM Chitosan- Acrylic Acid Gel Copolymerization By Gamma Irradiation. *Indonesian Journal of Chemistry*, 14(1).
- Rekso, G. (2014). Kopolimerisasi Cangkok Dan Karakterisasi Lembaran Kitosan Teriradiasi. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 36(1).
- Shameli, K., Ahmad, M., Jazayeri, S., Sedaghat, S., Shabanzadeh, P., Jahangirian, H., et al. (2012). Synthesis and Characterization of Polyethylene Glycol Mediated Silver Nanoparticles by the Green Method. *Int. J. Mol. Sci.* 13, 6639-6650.
- Sharma, V., Ria, A., & Yekaterina. (2009). Silver Nanoparticles: Green Synthesis and Their Antimicrobial Activities. *Journal Advances in Colloid and Interface Science*, 145, 83-96.
- Solomon, S., Bahadory, M., Jeyarajasingam, A., Rutwosky, S., & Boritz, C. (2007). Synthesis and Study of Silver Nanoparticles. *Journal of Chemical Education*, 84(2), 322-325.
- Tran, Q., Nguyen, V., & Le, A. (2013). Silver Nanoparticles: Synthesis, Properties, Toxicology, Applications and Perspectives. *Adv. Nat. Sci.: Nanosci. Nanotechnol*, 4, 1-20.