

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL PERAK TERMODIFIKASI KITOSAN MENGGUNAKAN REDUKTOR NaBH_4

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CHITOSAN MODIFIED SILVER NANOPARTICLES USING NABH_4 REDUCING AGENT

Upi Fathimah Az Zahra, Noor Hindryawati, Aman Sentosa Panggabean *

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman, Jalan Barong Tongkok No.4, Kampus Gunung Kelua, Samarinda 75123, Kalimantan Timur, Indonesia

* Corresponding Author : amanspanggabean@yahoo.com

Article History

Submitted : 01 July 2024

Accepted: 22 August 2024

ABSTRACT

The research about synthesis of chitosan-modified silver nanoparticles using NaBH_4 reducing agents has been carried out. This research aims to determine the optimum AgNO_3 concentration, optimum pH and optimum stirring time. The chitosan-modified silver nanoparticles obtained were then characterized using a UV-Vis Spectrophotometer. The results of measurements using a UV-Vis Spectrophotometer, the synthesis of chitosan-modified silver nanoparticles was obtained at the optimum condition of AgNO_3 concentration of 3×10^{-3} M, pH 4 and the optimum stirring time was 2 hours. The formation of AgNPs is characterized by the presence of typical absorption peaks at maximum wavelengths of 402 nm-434 nm.

Keywords: Silver Nanoparticles, Chitosan, NaBH_4 .

1. PENDAHULUAN

Nanoteknologi merupakan teknologi yang dapat menghasilkan material berukuran nanometer. Nanoteknologi mempunyai peranan yang penting dalam pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi. Melalui nanoteknologi, dapat dibuat material pada skala nano atau nanopartikel yang memiliki sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar. Nanopartikel logam sangat menarik perhatian dikarenakan aplikasinya secara luas antara lain di bidang optik, biologi, katalis, elektronik, dan kedokteran.^{1,2}

Nanopartikel merupakan suatu partikel yang ukurannya berkisar antara 1-100 nm.³ Salah satu nanopartikel logam yang paling banyak disintesis adalah nanopartikel perak. Perak merupakan logam mulia yang mempunyai kualitas optik yang baik. Pembentukan nanopartikel logam dapat dilakukan dengan dua metode yaitu metode *top down* (fisika) yaitu dengan cara memecah padatan logam menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano dan *bottom up* (kimia) yaitu dengan cara melarutkan garam logam, agen pereduksi, dan penstabil hingga terbentuk nanopartikel logam.⁴ Reduksi kimia adalah metode yang sangat umum digunakan karena relatif sederhana, mudah, dan efektif menghasilkan AgNPs. Prekursor logam perak yang digunakan adalah AgNO_3 . AgNO_3 direduksi oleh sejumlah agen pereduksi organik dan anorganik seperti natrium borohidrida (NaBH_4) dan hidrazina (N_2H_4).²

Dalam pembentukan nanopartikel, ada hal yang sangat penting untuk diperhatikan yaitu pemilihan reduktor yang akan digunakan. Reduktor yang dapat digunakan dalam sintesis

nanopartikel yaitu natrium borohidrida, trisodium sitrat maupun dengan bioreduktor. Salah satu metode paling populer untuk mensintesis nanopartikel perak adalah dengan

This is an open-access article under the [CC-BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



menggunakan natrium borohidrida untuk mereduksi perak nitrat. Kelebihan natrium borohidrida diperlukan baik untuk mereduksi perak ionik maupun untuk menstabilkan nanopartikel yang terbentuk.⁵ Telah banyak penelitian yang dilakukan mengenai modifikasi nanopartikel perak. Salah satunya penelitian mengenai sintesis AgNPs dengan kitosan sebagai *capping agent* dan ekstrak kemangi sebagai reduktor, nanopartikel perak-ekstrak daun pelawan termodifikasi PVA, nanopartikel perak termodifikasi polivinil alkohol menggunakan ekstrak teh hijau, nanopartikel perak termodifikasi *L-cysteine*.^{2,3,6,7} Modifikasi yang dilakukan pada sintesis nanopartikel memiliki pengaruh terhadap kestabilan maupun struktur dan morfologi dari nanopartikel perak tersebut.

Nanopartikel perak memiliki stabilitas yang rendah dan mudah beragregasi membentuk nanopartikel perak dengan ukuran yang lebih besar. Oleh karena itu, diperlukan *capping agent* untuk mencegah terjadinya agregasi antar permukaan nanopartikel perak yaitu kitosan. Kitosan merupakan polimer yang mampu bertindak sebagai penstabil AgNPs. Selain itu, kitosan tidak bereaksi secara kimia dengan senyawa aktif yang dibawa dan memiliki sifat non toksik, biokompatibel dan biodegradabel.^{2,8} Selain itu, pada penelitian ini digunakan natrium borohidrida untuk mereduksi perak nitrat maupun untuk menstabilkan nanopartikel yang terbentuk.⁴ Kitosan mampu bertindak sebagai penstabil AgNPs dikarenakan memiliki gugus amina (-NH₂) dan hidroksil (-OH) di setiap monomernya yang dapat berinteraksi dengan kation logam transisi.² Pada penelitian Junaidi dkk. (2015), AgNPs berhasil disintesis dengan kitosan sebagai *capping agent*.⁹ Karena kitosan memiliki kemampuan yang baik membatasi terjadinya agregasi partikel AgNPs. Ukuran partikel merata AgNPs dalam kitosan berkisar antara 8-9 nm, berbentuk sferis dengan distribusi ukuran antara 2-16 nm dan terkompositkan pada kitosan.

Berdasarkan penjelasan diatas, telah dilakukan penelitian sintesis nanopartikel perak termodifikasi kitosan dengan menggunakan reduktor NaBH₄ yang bertujuan untuk mengetahui konsentrasi AgNO₃ optimum, pH optimum, waktu pengadukan optimum dan karakteristik dari nanopartikel perak termodifikasi kitosan menggunakan reduktor NaBH₄ berdasarkan data Spektrofotometer UV-Vis.

2. METODE

2.1 Alat dan Bahan

2.1.1. Alat

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu neraca analitik, gelas kimia, pipet tetes, pipet mikro, pipet volume, gelas ukur, batang pengaduk, labu ukur, botol semprot, *magnetic stirrer*, *stopwatch*, *bulp*, spatula, Spektrofotometer UV-Vis.

2.1.2. Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu kitosan, NaBH₄, aqua demineral (*water one*), NaOH, AgNO₃, CH₃COOH, *aluminium foil*, tisu dan pH universal.

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1. Optimasi Konsentrasi AgNO₃

Sebanyak 25 mL larutan kitosan dengan konsentrasi 4×10⁻³ M dicampurkan dengan 25 mL larutan AgNO₃ dengan variasi konsentrasi 1×10⁻³ M, 2×10⁻³ M, 3×10⁻³ M, 4×10⁻³ M dan 5×10⁻³ M. Distirer selama 10 menit. Lalu, ditambahkan 1 mL larutan NaBH₄ 1×10⁻³ M dan distirer selama 1 jam didalam suhu ruang. Kemudian, diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300-700 nm dan diamati perubahan yang terjadi selama 1 minggu. Sampel yang memiliki panjang gelombang yang stabil dan tidak mengalami perubahan warna akan diambil dan dijadikan sebagai konsentrasi optimum.

2.2.2. Optimasi pH

Sebanyak 25 mL larutan kitosan dengan konsentrasi 4×10⁻³ M dicampurkan dengan 25 mL larutan AgNO₃ dengan variasi konsentrasi optimum. Distirer selama 10 menit. Lalu, ditambahkan 1 mL larutan NaBH₄ 1×10⁻³ M. Kemudian ditambahkan dengan larutan CH₃COOH dan NaOH hingga didapatkan variasi pH 4, 5, 6, 7, 8 dan 9. Distirer selama 1 jam didalam suhu ruang. Kemudian, diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang

gelombang 300-700 nm dan diamati perubahan yang terjadi selama 1 minggu. Sampel yang memiliki panjang gelombang yang stabil dan tidak mengalami perubahan warna akan diambil dan dijadikan sebagai pH optimum.

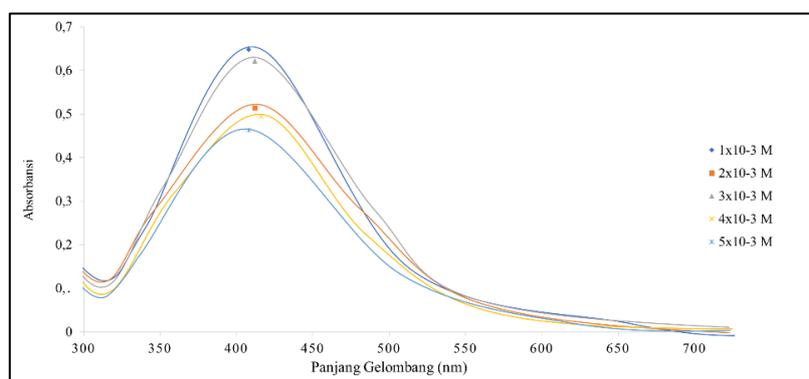
2.2.3. Optimasi Waktu Pengadukan

Sebanyak 25 mL larutan kitosan dengan konsentrasi 4×10^{-3} M dicampurkan dengan 25 mL larutan AgNO_3 dengan konsentrasi optimum. Distirer selama 10 menit. Lalu, ditambahkan 1 mL larutan NaBH_4 1×10^{-3} M. Kemudian ditambahkan dengan larutan $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{NaOH}$ hingga pH optimum. Distirer selama 2 jam, 4 jam, 6 jam dan 8 jam didalam suhu ruang. Kemudian, diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300-700 nm dan diamati perubahan yang terjadi selama 1 minggu. Sampel yang memiliki panjang gelombang yang stabil dan tidak mengalami perubahan warna akan diambil dan dijadikan sebagai waktu pengadukan optimum.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Optimasi Konsentrasi AgNO_3

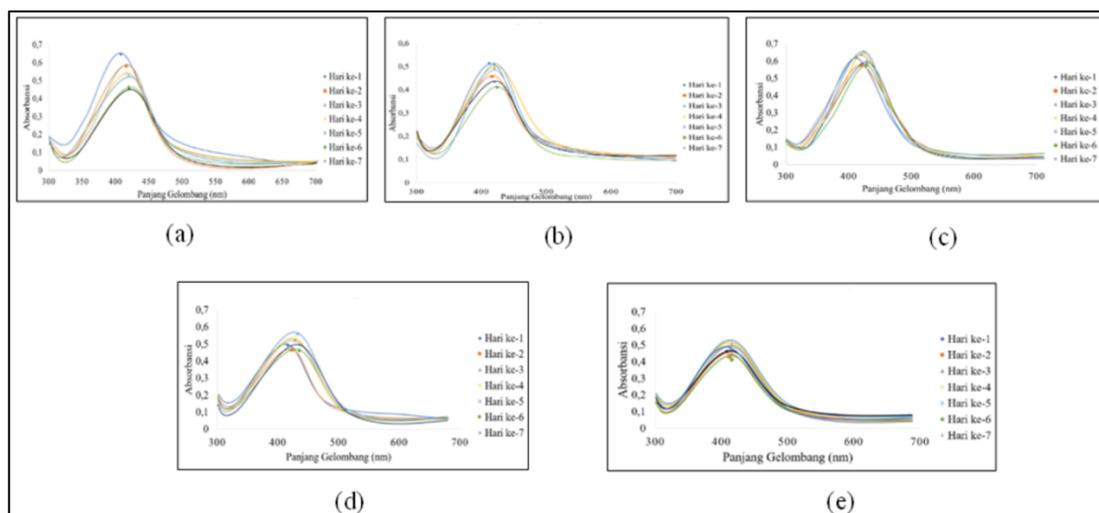
Optimasi konsentrasi AgNO_3 pada sintesis AgNPs-Kitosan dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan AgNO_3 yang berbeda-beda untuk mengetahui konsentrasi optimum yang dibutuhkan dalam pembuatan AgNPs termodifikasi kitosan. Sintesis ini diawali larutan AgNO_3 direaksikan dengan kitosan yang menghasilkan larutan bening. Kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* dan ditambahkan dengan reduktor NaBH_4 sehingga berubah warna menjadi larutan berwarna kuning yang menandakan bahwa telah terjadi reaksi reduksi dan nanopartikel telah terbentuk. Dilakukan pengukuran menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis pada kisaran panjang gelombang 300-700 nm. Hasil pengukuran spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada **Gambar 1**.



Gambar 1. Hasil Pengukuran Spektrofotometer UV-Vis hari ke-1 dengan variasi konsentrasi pada AgNPS-Kitosan

Berdasarkan **Gambar 1** menunjukkan bahwa dari beberapa variasi konsentrasi AgNO_3 , diperoleh rentang panjang gelombang khas nanopartikel. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nanopartikel telah terbentuk. Semakin tinggi konsentrasi yang digunakan maka semakin tinggi pula nilai absorbansinya.

Selanjutnya dilakukan pengukuran optimasi konsentrasi AgNO_3 selama 7 hari dengan panjang gelombang 300-700 nm untuk melihat kestabilan nanopartikel perak. Hasil pengukuran spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada **Gambar 2**.

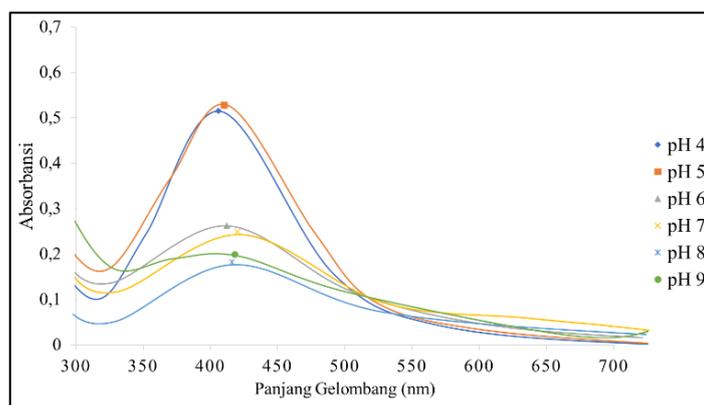


Gambar 2. Hasil Pengukuran Spektrofotometer UV-Vis variasi konsentrasi AgNO_3 pada AgNPs-Kitosan selama 7 hari (a) 1×10^{-3} M (b) 2×10^{-3} M (c) 3×10^{-3} M (d) 4×10^{-3} M (e) 5×10^{-3} M

Berdasarkan **Gambar 2** menunjukkan kestabilan dari nanopartikel perak dapat dilihat dari pergeseran puncak serapan panjang gelombang maksimum dan nilai absorbansinya. Menurut Solomon *et al.*, (2007) nanopartikel perak dapat dilihat dari munculnya λ maks pada kisaran 400-450 nm yang merupakan khas nanopartikel perak.¹⁰ Pada pengukuran selama 7 hari pada variasi konsentrasi larutan AgNO_3 menunjukkan bahwa semakin kecil konsentrasi larutan AgNO_3 yang digunakan maka semakin kecil nilai absorbansi. Pada konsentrasi AgNO_3 1×10^{-3} M, diperoleh pergeseran panjang gelombang dari 408 nm menjadi 420 nm dengan nilai absorbansi yang berubah-ubah sehingga tidak stabil. Pada konsentrasi AgNO_3 2×10^{-3} M diperoleh pergeseran panjang gelombang dari 412 nm menjadi 420 nm dengan nilai absorbansi yang tidak stabil. Pada konsentrasi AgNO_3 3×10^{-3} M memiliki panjang gelombang maksimum 408 nm yang merupakan rentang panjang gelombang nanopartikel perak dan memiliki nilai absorbansi tertinggi yaitu 0,6556. Sehingga, didapatkan konsentrasi optimum yaitu 3×10^{-3} M. Tetapi nanopartikel yang terbentuk tidak stabil. Menurut, Ba'diah *et al.*, (2019) semakin besar konsentrasi AgNO_3 maka semakin meningkat intensitas puncak panjang gelombang dan terbentuklah nanopartikel.¹¹ Pada konsentrasi AgNO_3 4×10^{-3} M diperoleh pergeseran panjang gelombang dari 416 nm menjadi 436 nm dengan nilai absorbansi yang tidak stabil. Pada konsentrasi AgNO_3 5×10^{-3} M diperoleh panjang gelombang dari 408 nm menjadi 416 nm dan nilai absorbansi yang tidak konsisten. Hal ini dapat disimpulkan bahwa pergeseran puncak serapan ke panjang gelombang yang lebih besar menunjukkan nanopartikel yang kurang stabil dan cenderung mengalami aglomerasi.

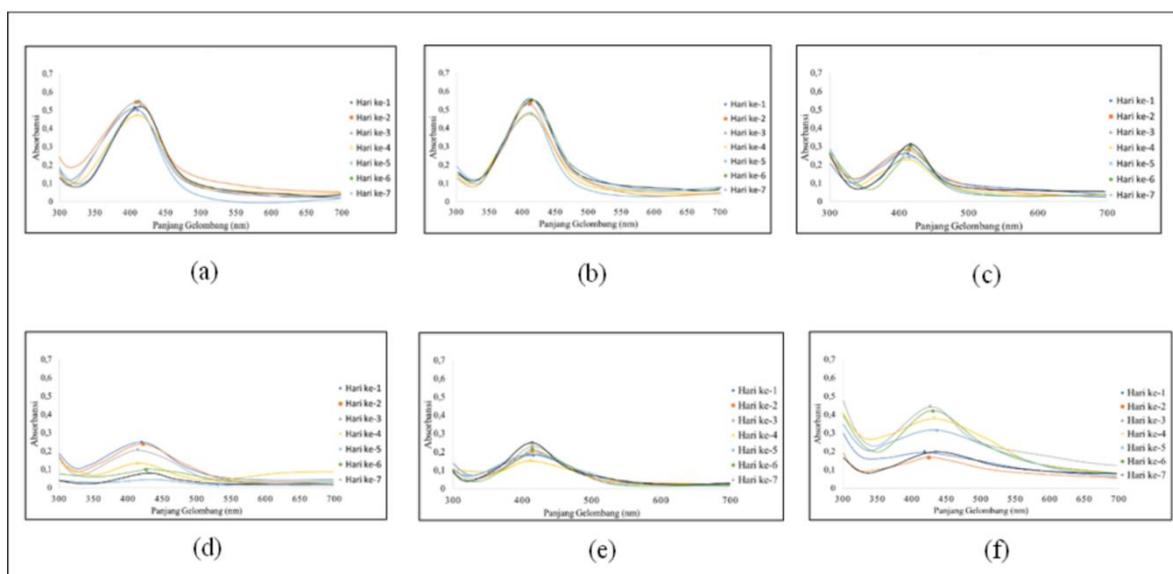
3.2 Optimasi pH

Optimasi pH pada sintesis AgNPs-Kitosan dilakukan dengan variasi pH yang berbeda-beda yaitu untuk mengetahui pH optimum yang digunakan dalam pembuatan AgNPs termodifikasi kitosan dan dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300-700 nm. Sehingga, diperoleh hasil seperti dapat dilihat pada **Gambar 3**.



Gambar 3. Hasil Pengukuran Spektrofotometr UV-Vis hari ke-1 dengan variasi pH pada AgNPS-Kitosan

Berdasarkan **Gambar 3** menunjukkan bahwa dari beberapa variasi pH diperoleh rentang panjang gelombang khas nanopartikel. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nanopartikel telah terbentuk. Tetapi pada pH asam memiliki nilai absorbansi yang tinggi dan pada pH basa nilai absorbansi menurun. Selanjutnya dilakukan pengukuran optimasi pH selama 7 hari dengan panjang gelombang 300-700 nm untuk melihat kestabilan nanopartikel perak. Hasil pengukuran dapat dilihat pada **Gambar 4**.

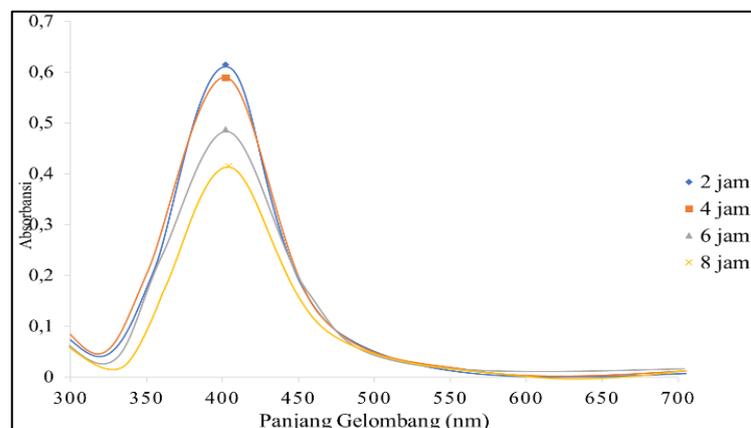


Gambar 4. Hasil Pengukuran Spektrofotometer UV-Vis variasi pH pada AgNPs-Kitosan selama 7 hari (a) pH 4 (b) pH 5 (c) pH 6 (d) pH 7 (e) pH 8 dan (f) pH 9

Berdasarkan **Gambar 4** menunjukkan, untuk pengukuran selama 7 hari pada pH 4 diperoleh panjang gelombang maksimum 410 nm yang merupakan rentang panjang gelombang maksimum dan nilai absorbansi tertinggi yaitu 0,5498. Partikel yang terbentuk cukup stabil. Pada pH 5 diperoleh panjang gelombang 410-414 nm dan nilai absorbansi tidak jauh berubah sehingga cukup stabil. Hasil penelitian sesuai dengan Fan *et al.*,(2012) menggunakan larutan kitosan pH 4,7-4,8 karena pH ini kondusif untuk pembentukan nanopartikel kitosan.¹² Panjang gelombang pada pengukuran pH 6-9 diperoleh pergeseran panjang gelombang yang sangat jauh dan memiliki nilai absorbansi yang tidak stabil dan menurun, dimana semakin basa pH larutan maka absorbansi semakin kecil dan memiliki peak yang melebar.

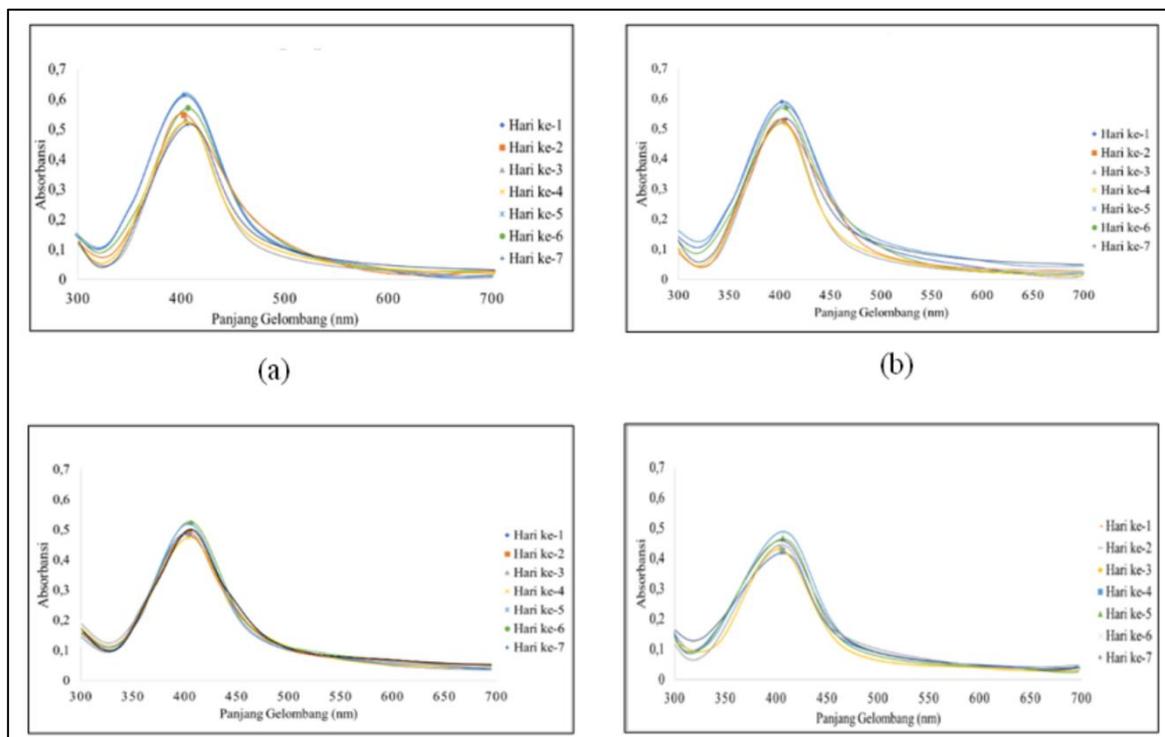
3.3 Waktu Pengadukan

Optimasi Waktu Pengadukan pada sintesis AgNPs-Kitosan dilakukan dengan variasi 2 jam, 4 jam, 6 jam dan 8 jam dan dilakukan pengukuran menggunakan instrument spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300-700 nm. Menurut Yanti dkk, (2021) waktu pengadukan perlu dikontrol agar menghasilkan nanopartikel perak yang berwarna kuning dengan ukuran yang stabil.¹³ Diperoleh hasil pengukuran seperti dapat dilihat pada **Gambar 5**.



Gambar 5. Hasil Pengukuran Spektrofotometr UV-Vis hari ke-1 dengan Variasi Waktu Pengadukan pada AgNPS-Kitosan

Berdasarkan **Gambar 5** menunjukkan bahwa dari beberapa variasi waktu pengadukan diperoleh rentang panjang gelombang khas nanopartikel sehingga dapat disimpulkan bahwa nanopartikel telah terbentuk. Selanjutnya dilakukan pengukuran optimasi waktu pengadukan selama 7 hari dengan panjang gelombang 300-700 nm untuk melihat kestabilan nanopartikel perak. Hasil pengukuran spektrofotometer UV-Vis dapat dilihat pada **Gambar 6**.



Gambar 6. Hasil Pengukuran Spektrofotometer UV-Vis variasi waktu pengadukan pada AgNPs-Kitosan selama 7 hari (a) 2 jam (b) 4 jam (c) 6 jam dan (d) 8 jam

Berdasarkan **Gambar 6** menunjukkan hasil pengukuran selama 7 hari, pada waktu pengadukan 2 jam diperoleh panjang gelombang maksimum 402 nm dan absorbansi tertinggi yaitu 0,6161. Pada waktu pengadukan 4 - 8 jam diperoleh pergeseran panjang gelombang yang tidak cukup jauh yaitu 402 nm menjadi 406 nm dan nilai absorbansi yang tidak stabil. Menurut Badi'ah *et al.*, (2019) seiring dengan penambahan waktu yang diperlukan maka nanopartikel perak semakin lama akan semakin terbentuk, sedangkan setelah 4 jam absorbansi menurun dan tidak stabil. Pada penelitian Junaidi dkk., (2015) ukuran partikel yang dihasilkan yaitu menunjukkan bahwa ukuran partikel AgNPs kitosan yang disintesis tidak terpengaruh oleh lamanya waktu sintesis. Hal ini menandakan bahwa kitosan memiliki kemampuan untuk mencegah terjadinya pertumbuhan partikel AgNPs atau mencegah terjadinya agregasi.

4. KESIMPULAN

Sintesis nanopartikel perak termodifikasi kitosan menggunakan reduktor NaBH_4 diperoleh pada konsentrasi AgNO_3 optimum yaitu 3×10^{-3} M, dengan panjang gelombang 408 nm dan absorbansi tertinggi yaitu 0,6556, pH optimum yaitu pada pH 4 dengan panjang gelombang 410 nm dan absorbansi tertinggi yaitu 0,5498 dan waktu pengadukan optimum pada yaitu 2 jam pada AgNPs termodifikasi kitosan dengan panjang gelombang 402 nm dan absorbansi tertinggi yaitu 0,6161.

DAFTAR PUSTAKA

1. Arif, M. S. Ulfiya, R. Erwin, and Panggabean, A. S. (2021). Synthesis Silver Nanoparticles Using Trisodium Citrate and Development in Analysis Method. *AIP Conference Proceedings* **2021**, 2360(1).
2. Prasetyaningtyas, T.; Prasetya, A. T.; dan Widiarti, N. Sintesis Nanopartikel Perak Termodifikasi Kitosan dengan Bioreduktor Ekstrak Daun Kemangi (*Ocimum basilicum* L.) dan Uji Aktivitasnya sebagai Antibakteri. *Indonesian Journal of Chemical Science* **2020**, 9(1).
3. Arif, M. S.; Risdiana, E.; Sari I. Y. L.; Panggabean, A. S. Synthesis of Silver Nanoparticles (AgNPs) using Aggregate Mangrove Leaf Extract (*Sonneratia alba*) for Colorimetric Analysis of Chloramphenicol. *AIP Conference Proceedings* **2022**, 2668(1).
4. Arif, M. S.; & Noon, S. M. Optimasi Biosintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Ekstrak Daun Mangrove (*Rhizophora Apiculata* Blume) untuk Mendeteksi Histamin dengan Metode Kolorimetri. *Prosiding Seminar Nasional Kimia* **2021**. ISBN 978-602-50942-5-5.
5. Mavani, K.; and Shah, M. Synthesis of Silver Nanoparticles by using Sodium Borohydride as a Reducing Agent. *International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT)* **2013**, 2.
6. Amanah, I. N.; Indriyani, D. P.; Muharomah, B. P.; Fabiani, V. A. Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Perak-Ekstrak Daun Pelawan (*Tristanopsis Merguensis* Griff) Termodifikasi PVA. *Fullerene Journ. of Chem.* **2021**, 6(2).
7. Taufik, Y.; Sumartini; dan Endriana, W. Kajian Perbandingan Buah Black Mulberry (*Morus Nigra* L.) Dengan Air Terhadap Karakteristik Spreadable Processed Cheese Black Mulberry. *Pasundan Food Technology Journal* **2019**, 6(3).
8. Widyastuti, H.; Panggabean, A. S.; dan Subagyo, D. J. N. Sintesis Silika Gel dari Abu Sekam Padi Termodifikasi Kitosan serta Aplikasinya sebagai Adsorben Methylene blue. *Jurnal Kimia Mulawarman* **2022**, 19(2), 63-65.
9. Junaidi, A. B.; Wahyudi, A.; dan Umaningrum, D. Sintesis AgNPs Secara Reduksi Kimia Menggunakan Capping Agent Kitosan Dan Pereduksi Glukosa. *Sains dan Terapan Kimia* **2015**, 9(2) : 70-80.

10. Solomon, S. D.; M. Bahadory; A.V. Jeyarajasingam; S. A. Rutkowsky; and C. Boritz. Synthesis and Study of Silver Nanoparticles. *Journal of Chemical Education* **2007**, 84(2): 322-325.
11. Badi'ah; Seede, F.; Supriyanto, G.; and Zaidan, A. H. Synthesis of Silver Nanoparticles and the Development in Analysis Method. *IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci.* **2019**, 217 012005.
12. Fan, W.; Yan, W.; Xu, Z; dan Ni, H. Formation Mechanism of Monodisperse, Low Molecular Weight Chitosan Nanoparticles by Ionic Gelation Technique. *Colloids and Surfaces B:Biointerfaces* **2012**, 21-27.
13. Yanti, S.; Arif, M. S.; dan Yusuf, B. Sintesis Dan Stabilitas Nanopartikel Perak (AgNPs) Menggunakan Trinatrium Sitrat. *Prosiding Seminar Nasional Kimia.* **2021**. ISBN 978-602-50942-5-5.