

**PENDEKATAN *GREEN SYNTHESIS* NANOPARTIKEL PERAK DAN
KOMPOSIT HIDROKSIAPATIT-NANOPERAK DENGAN
BIOREDUKTOR EKSTRAK DAUN *Uncaria Gambir* Roxb. SERTA
AKTIVITAS ANTIBAKTERINYA**

DISERTASI



PEMBIMBING 1: Prof. Dr. Syukri Arief, M. Eng
PEMBIMBING 2: Dr. Zulhadjri, M. Eng
PEMBIMBING 3: Prof. Dr. Dian Handayani, Apt

**PROGRAM STUDI S3 ILMU KIMIA
PASCASARJANA FAKULTAS MIPA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2019**

**Pendekatan *Green Synthesis* Nanopartikel Perak dan Komposit
Hidroksiapatit-nanoperak dengan Bioreduktor Ekstrak Daun *Uncaria
gambir* Roxb. serta Aktivitas Antibakterinya**

Oleh: ARNIATI LABANNI (1530412012)

(Dibawah bimbingan: Prof. Dr. Syukri Arief, M.Eng, Dr. Zulhadjri, M.Eng, dan
Prof. Dr. Dian Handayani, Apt. rer. nat)

Abstrak

Penelitian mengenai sintesis nanopartikel perak dan komposit hidroksiapatit-nano perak telah dilakukan dengan metode bioreduksi dengan pendekatan *green synthesis* menggunakan ekstrak daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb.). Ekstrak daun gambir mengandung senyawa katekin yang dimanfaatkan sebagai reduktor alami untuk mereduksi kation perak menjadi nanopartikel perak (NpAg) dengan penambahan tiga jenis senyawa alkanolamin yakni monoetanolamin (MEA), dietanolamin (DEA), dan trietanolamin (TEA) sebagai *capping agent*. Pembentukan koloid nanopartikel perak secara visual ditunjukkan oleh pembentukan warna menjadi coklat hingga abu kehijauan serta puncak serapan pada analisis Spektrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang 339-441 nm yang merupakan panjang gelombang spesifik dari nanopartikel perak berdasarkan fenomena *Surface Plasmon Resonance* (SPR). Hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan pembentukan nanopartikel perak dengan struktur kristal *face centered cubic* (fcc). Hasil analisis *Transmission Electron Microscope* (TEM) menunjukkan NpAg yang disintesis berbentuk bulat dengan diameter 5-52 nm, dimana ukuran nanopartikel ini sangat dipengaruhi oleh jenis senyawa alkanolamin yang digunakan. Penggunaan TEA menunjukkan ukuran partikel rata-rata yang paling kecil dibandingkan dengan DEA, dan MEA. Nanopartikel perak yang telah disintesis kemudian dikompositkan dengan hidroksiapatit yang sebelumnya telah disintesis dengan metode sol-gel dari prekursor kalsium berupa CaO dari cangkang pansi (*Corbicula moltkiana*) dan prekursor fosfor berupa senyawa $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Berdasarkan hasil analisis XRD diketahui bahwa hidroksiapatit yang dihasilkan memiliki kristalinitas yang tinggi dengan struktur heksagonal. Berdasarkan hasil *refinement* Le-Bail, ditemukan puncak spesifik dari perak dengan struktur kristal fcc yang menunjukkan kandungan perak di dalam sampel komposit hidroksiapatit-nanoperak (HAp-NpAg). Hasil ini dikonfirmasi dengan hasil analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dimana produk komposit HAp-NpAg yang disintesis mengandung unsur Ag. Hasil TEM menunjukkan terbentuknya nanopartikel perak pada permukaan hidroksiapatit. Metode dan pola sintesis komposit HAp-NpAg yakni metode 1 pot dan 2 pot mempengaruhi morfologi dari nanopartikel perak yang dihasilkan, dimana pada metode 1 pot nanopartikel perak yang terbentuk cenderung lebih banyak dan terdistribusi lebih merata dibandingkan dengan nanopartikel perak pada komposit HAp-NpAg yang disintesis dengan metode 2 pot. Uji aktivitas antibakteri dilakukan pada sampel nanopartikel perak dan komposit HAp-NpAg terhadap bakteri *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) dan *Escherichia coli* (*E. coli*) dengan metode difusi agar. Hasil menunjukkan sampel NpAg dan HAp-NpAg memiliki potensi sebagai agen antibakteri dimana konsentrasi larutan uji

berpengaruh terhadap besar diameter zona inhibisi. Zona hambat yang lebih besar diamati pada sampel NpAg tanpa *capping agent* dibandingkan dengan sampel NpAg dengan *capping agent*.

Kata kunci: *Green synthesis*, nanopartikel perak, *Uncaria gambir* Roxb., alkanolamin, komposit hidroksiapatit-nanoperak



Green Synthesis Approach of Silver Nanoparticles and Hydroxyapatite-nanosilver Composite using *Uncaria gambir* Roxb. Leaf Extract as Bioreducing Agent and Its Antibacterial Activity

By: ARNIATI LABANNI (1530412012)

(Supervised by: Prof. Dr. Syukri Arief, M.Eng, Dr. Zulhadjri, M.Eng, dan Prof. Dr. Dian Handayani, Apt. rer. nat)

Abstract

A study on silver nanoparticles and hydroxyapatite-nanosilver composite had been conducted by green synthesis approach using *Uncaria gambir* Roxb. (gambir) leaf extract as bio-reducing agent. Gambir leaf extract contains catechin which was employed as bio-reducing agent to reduce silver cation to silver nanoparticles (NpAg) with the presence of three kinds of alkanolamine compound i.e. monoethanolamine (MEA), diethanolamine (DEA), and triethanolamine (TEA) as capping agents. The formation of colloidal silver nanoparticles was visually recognized by color changes to brown or greenish gray and was confirmed by UV-Visible spectrophotometer absorbance peaks in wavelength of 339-441 nm, which is specific to silver nanoparticles based on Surface Plasmon Resonance (SPR) phenomenon. *X-Ray Diffraction* (XRD) analysis result showed the formation of silver nanoparticles with a crystal structure of face centered cubic (fcc). *Transmission Electron Microscope* (TEM) analysis showed that NpAg formed in the reaction were spherical in shape with diameter of 5-52 nm, which was strongly affected by the type of alkanolamine compound used in the reaction. The using of TEA resulting in smaller particle silver nanoparticles then those of DEA and MEA. The synthesized silver nanoparticles were then composited with hydroxyapatite which was previously synthesized using sol-gel method with CaO extracted from *Corbicula moltkiana* shell as calcium precursor and $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ as phosphor precursor. Based on XRD analysis result, it was found that synthesized hydroxyapatite has high crystallinity with hexagonal structure. *Le-Bail Refinement* showed the presence silver in the hydroxyapatite-nanosilver composite (HAp-NpAg) samples. This result was then confirmed by *X-Ray Fluorescence* (XRF) and *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) analysis that silver is contained in the composite samples. TEM micrograph showed the formation of spherical silver nanoparticles on the surface of hydroxyapatite. The design and method of the synthesis strongly affected the morphology of silver nanoparticles adhered on hydroxyapatite surface. In 1 pot method, formed silver nanoparticles were more evenly distributed than those of composite synthesized using 2 pot method. Antibacterial activity test was conducted on the colloidal NpAg and HAp-NpAg composite samples against *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) and *Escherichia coli* (*E. coli*) using agar diffusion method. The result showed that NpAg and HAp-NpAg samples had potential as antibacterial activity agent, where the concentration of the sample significantly affects the zone inhibition diameter of the samples. It was also found that larger inhibition zone was exhibited by colloidal silver nanoparticles without capping agent than those of silver nanoparticles with capping agent.

Keywords: Green synthesis, silver nanoparticles, *Uncaria gambir* Roxb. alkanolamine, hydroxyapatite-nanosilver composite

