Seminar Nasional Ke-IV Fakultas Pertanian Universitas Samudra
"Pertanian Berkelanjutan Berbasis Sumber Daya Lokal di Era Revolusi Industri 4.0"
ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*

Sintesis Partikel Gadolinium Karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$@PEG Dengan Metode Solvotermal

Erika Linda Yani Nasution[1*], Surya Handayani[2]
[1,2]*Program Studi Agroteknologi Fakultas Pertanian Universitas Graha Nusantara Padangsidimpuan Indonesia.*
[*] *e-mail: erika.lindanst@gmail.com*

Abstrak
Partikel magnetik $Gd_2(CO_3)_3$ merupakan material yang telah dimanfaatkan pada bidang biomedis. Partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG memiliki kelebihan dalam proses sintesisnya lebih mudah, cepat dan menggunakan prekursor yang lebih sedikit. Akan tetapi, partikel $Gd_2(CO_3)_3$ memiliki sifat kelemahan karena mengandung toksin, untuk menghilangkan sifat toksin dilakukan proses *coating* dengan polietilen glikol (PEG-1000). Partikel $Gd_2(CO_3)_3$ difungsionalisasikan dengan PEG menghasilkan $Gd_2(CO_3)_3$@PEG yang bersifat biokompatibel dan monodispersi. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan sintesis partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG dengan metode solvotermal dengan melakukan variasi waktu. Analisis kristalisasi, morfologi, dan gugus fungsi partikel dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Electron Dispersive Spectrometry* (EDS). Dari hasil FTIR partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG menunjukkan bahwa PEG terikat pada permukaan partikel magnetik sebagai gugus karboksil dan hidroksil. Hasil spektrum XRD partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG menunjukkan bahwa $Gd_2(CO_3)_3$@PEG memiliki simetri heksagonal sesuai dengan database JCPDS No. 37-0559. Hasil data SEM menunjukkan partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG beraglomerasi berukuran mikro dan hasil EDS diperoleh elemen-elemen penyusun $Gd_2(CO_3)_3$@PEG. Dengan demikian, partikel gadolinium karbonat $Gd_2(CO_3)_3$@PEG telah berhasil disintesis dengan metode solvotermal.
Kata Kunci: Gadolinium karbonat, Metode solvotermal, PEG

Abstract
Particles magnetic $Gd_2(CO_3)_3$ are materials that have been utilized in the biomedical field. $Gd_2(CO_3)_3$@PEG particles have the advantage that the synthesis process is easier, faster, and uses fewer precursor. However, $Gd2(CO_3)_3$ particles have weaknesses because they contain toxins, to remove the toxin properties the coating process is carried out with polyethylene glycol (PEG-1000). $Gd_2(CO_3)_3$ particles are functionalized with PEG to produce $Gd_2(CO_3)_3$@ PEG which is biocompatible and monodispersic. This research aims to synthesize $Gd_2(CO_3)_3$@PEG particles by solvothermal method by doing time variations. Analysis of crystallization, morphology, and particle function groups were performed using X-Ray Diffractometer (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), and Electron Dispersive Spectrometry (EDS). From the results of FTIR particles $Gd_2(CO_3)_3$@PEG shows that PEG is bound to the surface of magnetic particles as carboxyl and hydroxyl groups. The XRD spectrum results of $Gd_2(CO_3)_3$@PEG particles showed that $Gd_2(CO_3)_3$@PEG had hexagonal symmetry according to JCPDS No. database. 37-0559. SEM data result show $Gd_2(CO_3)_3$@PEG particles having micro-agglomerated size and EDS results obtained the constituent elements $Gd_2(CO_3)_3$@PEG. Thus, gadolinium

ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*

carbonate $Gd_2(CO_3)_3$@PEG particles have been successfully synthesized by the solvothermal method.
Keywords: Gadolinium carbonate, solvothermal method, PEG

Pendahuluan

Material paramagnetik merupakan material yang bersifat magnet akibat unsurnya yang memiliki atom dengan bilangan spin tidak sama dengan nol (Jiles, 1998). Material paramagnetik yang menjadi tren dalam bidang biomedis adalah material yang berbasis gadolinium (Gd). Gadolinium merupakan unsur golongan lantanida yang memiliki tujuh elektron valensi dan sering digunakan sebagai agen kontras karena memiliki momen magnet yang besar, yakni 7,94 J/T (Hyon, 2009). Sifat gadolinium yang memiliki sifat paramagnetik terbesar diantara unsur lantanida sangat baik dalam meningkatkan sinyal resonansi MRI (Hyon, 2009). Senyawa anorganik gadolinium yang sering digunakan sebagai agen kontras antara lain gadolinium oksida (Gd_2O_3), gadolinium hidroksida ($Gd_2(OH)_2$), dan gadolinium karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$) (Park, 2007). Diantara senyawa-senyawa tersebut, gadolinium karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$) memiliki kelebihan yakni proses sintesis lebih mudah, cepat, menggunakan prekursor yang lebih sedikit (Hyon, 2009, Wu, 2012),

Partikel gadolinium karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$) sendiri memiliki sifat beracun. Ketika digunakan dalam aplikasi biomedis sehingga harus ditansfer dalam bentuk yang biokompatibel. Selain itu, dispersibilitas partikel magnetik dalam air pada nilai pH yang berbeda dan pelarut lain, kristalinitas, bentuk dan ukuran homogen, difungsionalisasi, dan *coating* biokompatibel perlu diperhatikan dalam sintesis kimia dari $Gd_2(CO_3)_3$.

Untuk tujuan tersebut terdapat dua metode yang digunakan untuk memfungsionalisasikan partikel magnetik untuk aplikasi biomedis yakni dengan metode pertukaran ligan dan enkapsulasi dengan kulit biokompatibel. Salah satu polimer yang dapat digunakan sebagai lapisan biokompatibel bagi partikel adalah senyawa kompleks polietilen glikol (PEG). Sebagai pelarut, PEG merupakan lingkungan liquid yang dapat mempengaruhi sifat-sifat dari partikel. PEG berfungsi sebagai template yang menentukan bentuk partikel, sehingga partikel berbentuk bulatan yang seragam, dapat larut, dan membentuk lapisan partikel biokompatibel (L. M. Hamming, 2008). PEG mencegah aglomerasi sehingga ukuran partikel berkurang dan distribusi ukuran dipertajam (Yu, 2012). Dengan demikian, partikel $Gd_2(CO_3)_3$ difungsionalisasikan dengan PEG maka akan menghasilkan $Gd_2(CO_3)_3$@PEG yang bersifat biokompatibel dan monodispersi.

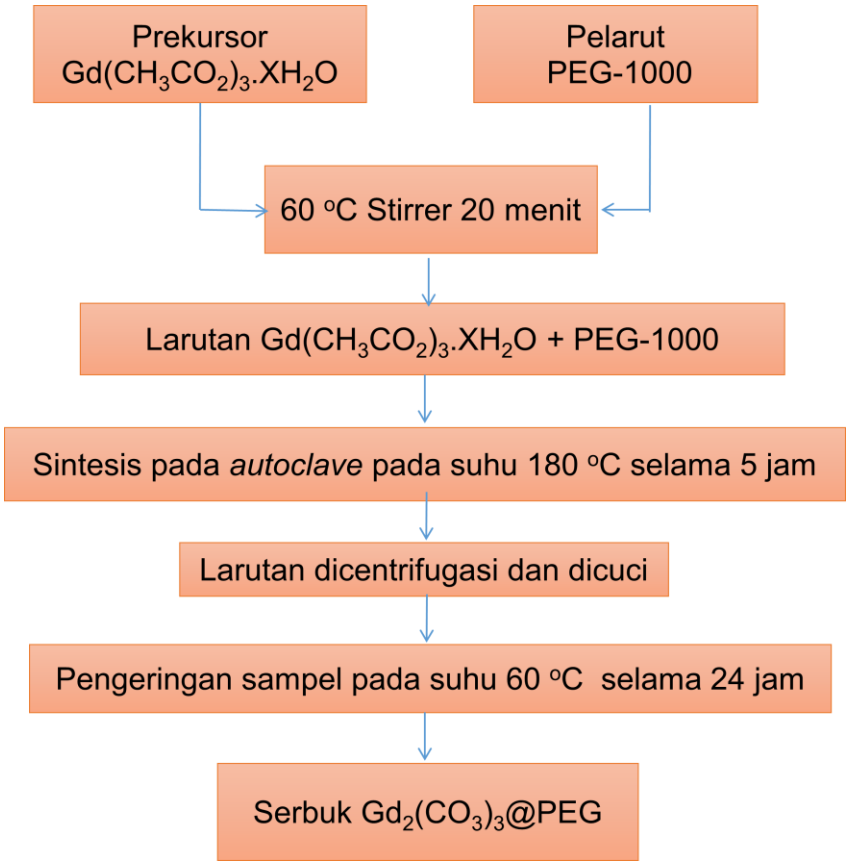
Dalam penelitian ini dilakukan metode solvotermal terhadap prekursor gadolinium asetat hidrat ($Gd(CH_3CO_2)_3.XH_2O$) dan polietilen glikol (PEG-1000) untuk menghasilkan partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG. Kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared spectroscopy* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsinya. Karakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui kristalisasi,

ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*

Scanning Electron Microscope (SEM) untuk melihat morfologi, dan komposisi kimia dengan *Electron Dispersive Spectrometry* (EDS) .

Metode Penelitian

Material dasar yang digunakan dalam pembuatan material $Gd_2(CO_3)_3$@PEG adalah gadolinium asetat hidrat ($Gd(CH_3CO_2)_3.XH_2O$, Aldrich), polietilen glikol (PEG-1000, MW = 1000, Merck). Pada Gambar 1 menunjukkan skema untuk sintesis $Gd_2(CO_3)_3$@PEG.



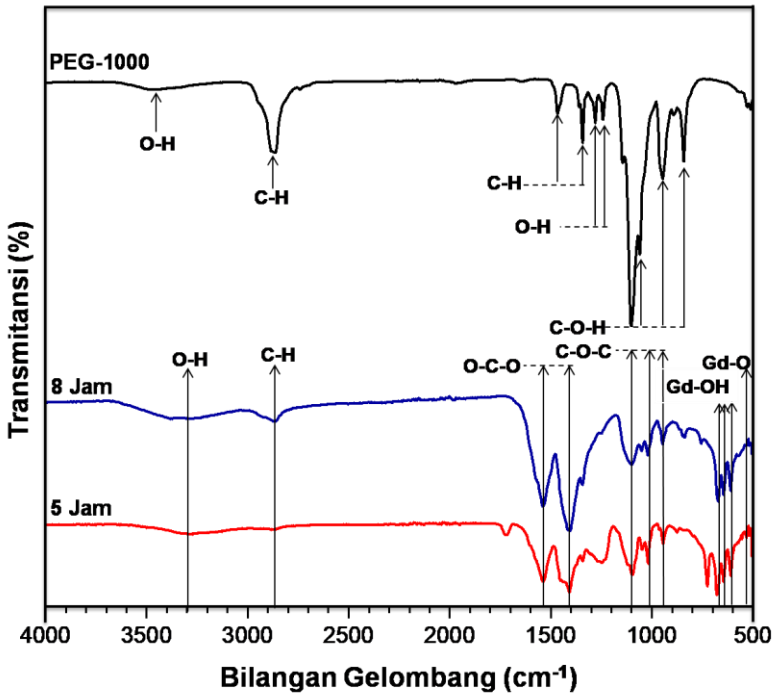
Gambar 1.Skema sintesis $Gd_2(CO_3)_3$@PEG

Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Analisis spektrum FTIR pada Gambar 2 menunjukkan keterbentukan PEG pada permukaan partikel $Gd_2(CO_3)_3$ ditunjukkan dengan terbentuk ikatan O-H dan O-C-O yang merupakan grup gugus hidroksil dan karbonil.

ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*



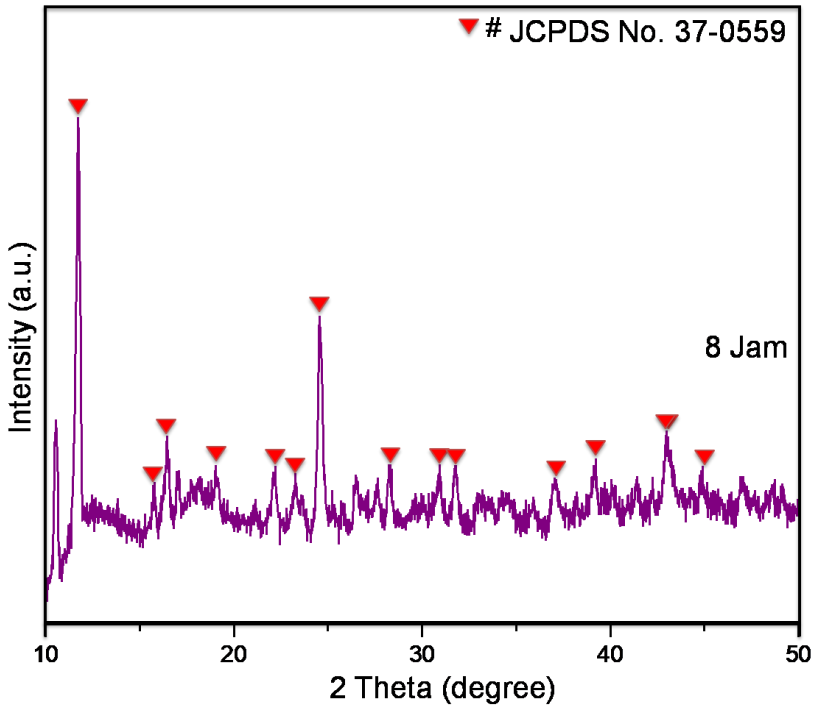
Gambar 2.Hasil FTIR $Gd_2(CO_3)_3$@PEG pada suhu 180 ^oC dengan waktu pemanasan 5 jam dan 8 jam.

Pada Gambar 2 menunjukkan hasil FTIR pada sampel PEG-1000 dan pegilasi gadolinium karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$@PEG). PEG-1000 memiliki puncak absorpsi khas pada gugus v_{as}-O-H *stretching* yang terdapat pada bilangan gelombang 3458 cm^{-1}, gugus simetri *stretching* dan *bending* $(CH_2CH_2)_n$ pada 2875, 1342, dan 947 cm^{-1}, serta gugus v-C-O-C *stretching* pada 1104 cm^{-1}(Cao, Zhang dkk., 2012, G. Devanand Venkatasubbu, 2013, T. S. Atabaev, 2014).

Setelah dilakukan sintesis pada suhu 180 ^oC selama 5 jam dan 8 jam, gugus O-H mengalami pergeseran dengan intensitas yang lebih besar akibat proses pemanasan serta penambahan prekursor gadolinium yang mengandung molekul H_2O. Gugus C-O-C dan C-H intensitasnya berkurang dan muncul spektrum absorpsi baru pada 1536 cm^{-1} dan 1417 cm^{-1} yang merupakan gugus v_{as}-O-C-O dari hasil oksidasi parsial gugus -CH_2-OH dari PEG-1000 pada suhu >150 ^oC (L. Faucher, 2012, Y. Li, 2013). Akan tetapi, untuk suhu yang paling optimum adalah 180 ^oC. Hal tersebut ditandai banyaknya gugus v_{as}-O-C-O dan Gd-OH. Sehingga pada penelitian ini dilakukan variasi waktu pemasanan pada suhu 180 ^oC.

ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*

Karakterisasi *X-Ray Diffractometer* (XRD)



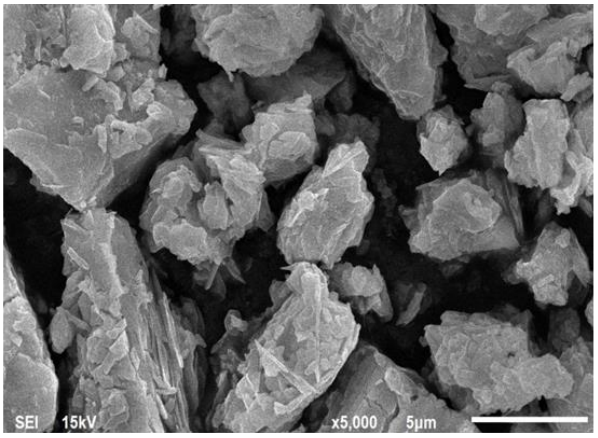
Gambar 3. Hasil Karakterisasi XRD pada suhu 180 ^{o}C dengan waktu pemanasan 8 jam.

Hasil karakterisasi XRD pada Gambar 2 menunjukkan bahwa terbentuk pola difraksi sesuai dengan posisi puncak-puncak difraksi yang bersesuaian dengan JCPDS No. 37-0559 dengan puncak utama pada 2θ = 11.75^{o}. Data tersebut menyatakan terbentuknya senyawa gadolinium karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$) yang memiliki morfologi *rhombus* dengan fase kristal heksagonal (G.Devanand Venkatasubbu, 2013).

Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

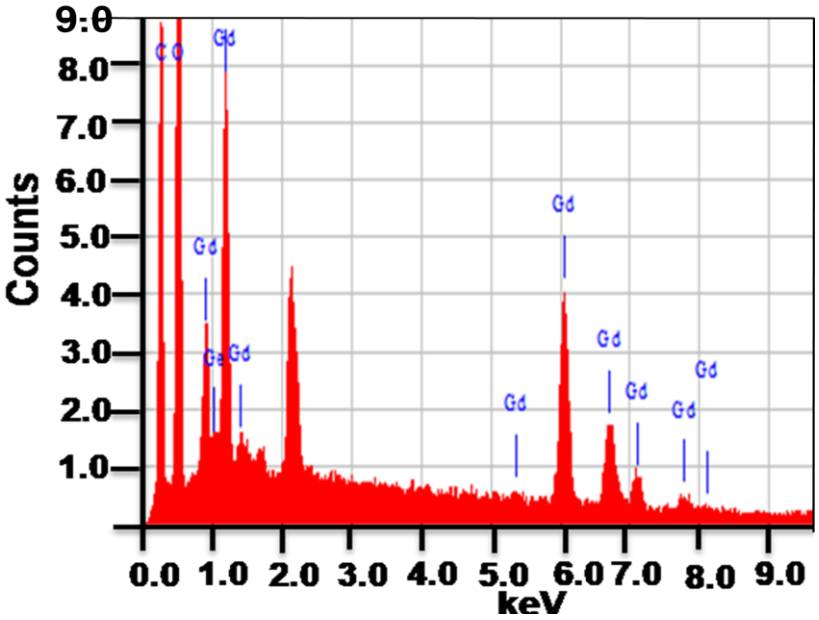
Gambar 4 menunjukkan morfologi dari pegilasi gadolinium karbonat ($Gd_2(CO_3)_3$@PEG) pada suhu 180 ^{o}C dengan lama pemanasan 8 jam yang diperoleh dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Micrograph SEM pada sampel menunjukkan morfologi partikel berbentuk *rhombus-flakes* yang tidak homogen dan membentuk aglomerasi.

ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*



Gambar 4. Hasil Karakterisasi SEM pada suhu 180 ^{o}C dengan waktu pemansasan 8 jam.

Karakterisasi *Electron Dispersive Spectrometry (EDS)*



Gambar 5. Hasil Karakterisasi EDS pada suhu 180 ^{o}C dengan waktu pemansasan 8 jam.

Pada Gambar 5 merupakan hasil EDS yang menunjukkan komposisi penyusun kimia. Pada hasil terlihat adanya penyusun kimia elemen C, O, dan Gd.

ISBN : 978-602-0768-77-9
Available online: *https://ejurnalunsam.id/index.php/psn*

Kesimpulan

Pada data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa pegilasi gadolinium kabonat ($Gd_2(CO_3)_3$@PEG) telah berhasil disintesis dengan metode dekomposisi solvotermal. Dari hasil FTIR partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG menunjukkan bahawa PEG terikat pada permukaan partikel magnetik sebagai gugus karboksil dan hidroksil. Hasil spektrum XRD partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG menunjukkan bahwa $Gd_2(CO_3)_3$@PEG memiliki simetri heksagonal sesuai dengan database JCPDS No. 37-0559. Hasil data SEM menunjukkan partikel $Gd_2(CO_3)_3$@PEG beraglomerasi berukuran mikro dan hasil EDS diperoleh elemen-elemen penyusun $Gd_2(CO_3)_3$@PEG. Dengan demikian, partikel gadolinium karbonat $Gd_2(CO_3)_3$@PEG telah berhasil disintesis dengan metode solvotermal.

Daftar Pustaka

Cao, X., B. Zhang, F. Zhao, dan L. Feng (2012). Synthesis and properties of MPEG-coated superparamagnetic magnetite nanoparticles. *Journal of Nanomaterials,* **2012**.

G. Devanand Venkatasubbu, S. R., V. Ramakrishnan, dan J. Kumar (2013). Folate Targeted PEGylated Titanium Dioxide Nanoparticles as a Nanocarrier for Targeted Paclitaxel Drug Delivery. *Advanced Powder Technology,* **24**, 7.

Hyon, B., Na, et al, (2009). Inorganic Nanoparticles for MRI Contrast Agents. *Adv. Mater,* **21**, 15.

Jiles, D. (1998). Introduction to Magnetism and Magnetic Materials. *Second Edition,* 576.

L. Faucher, M. T., J. Lagueux, Y. Gossuin, dan M. A. Fortin (2012). Rapid Synthesis of PEGylated Ultramall Gadolinium Oxide Nanoparticles for Cell Labeling and Tracking with MRI. *ACS Appli. Mater. Interfaces,* **4**, 9.

L. M. Hamming, a. P. B. M. (2008). Fouling Resistant Biomimetic Poly(Ethylene Glycol) Based Grafted Polymer Coatings. Jour. Material Matters.

T. S. Atabaev, J. H. L., D. -W. Han, H. -K. Kim, dan Y. -H, Hwang (2014). Ultrafine PEG-Capped Gadolinia Nanoparticles: Cytotoxicity and Potential Biomedical Applications for MRI and Luminescent Imaging. *RSC Advances,* **4**.

Wu, Y. (2012). A New Type of Silica-Coated $Gd_2(CO_3)_3$:Tb Nanoparticle as a Bifunctional Agent for Magnetic Resonance Imaging and Fluorescent Imaging. *Nanotechnology,* **23**.

Y. Li, Q. M., C. Huang, dan G. Liu (2013). Crystallization of Poly(etylene glycol) in Poly (methyl methacrylate) Networks. *Material Science,* **19**.

Yu, M. (2012). Dextran and Polymer Polyethylene Glycol (PEG) Coating Reduce Both 5 and 30 nm Iron Oxide Nanoparticle Cytotoxicity in 2D and 3D Cell Culture. International Journal of Molecular Sciences, **13, 16**.