

KAJIAN SPEKTROSKOPI INFRA MERAH XEROGEL KOMPOSIT EPOKSI SILIKA-KITOSAN

Dina Kartika Maharani¹⁾, Indriana Kartini²⁾, Nurul Hidayat Aprilita²⁾

¹⁾ Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Surabaya

²⁾ Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada

email : dkmaharani@gmail.com

ABSTRAK

Komposit Epoksi Silika-Kitosan merupakan material gabungan dari polimer alam Kitosan dan polimer anorganik Epoksi Silika yang dapat difungsikan sebagai agen pelapis antibakteri pada tekstil. Pada penelitian ini dibuat komposit Epoksi Silika-Kitosan dengan metode sol-gel serta dikaji interaksi antar gugus fungsi pada komposit Epoksi Silika-Kitosan yang dianalisis dengan metode spektrofotometri infra merah. Data spektra hasil analisis spektrofotometri infra merah menunjukkan bahwa terjadi interaksi antara gugus fungsi O-H dari gugus silanol pada epoksi silika dengan gugus N-H dari gugus amina pada kitosan. Interaksi antar gugus fungsi pada komposit tersebut ditunjukkan dengan adanya perubahan pita serapan gugus fungsi O-H dan N-H pada spektra infra merah. Adanya interaksi yang berbeda antar gugus fungsi pada komposit dengan komposisi epoksi silika yang berbeda-beda memungkinkan perbedaan kemampuan komposit Epoksi silika-Kitosan untuk berikatan dengan selulosa dalam aplikasinya sebagai agen pelapis pada tekstil.

Kata kunci : kitosan, epoksi silika, komposit, spektroskopi IR

INFRA RED SPECTROSCOPY STUDY OF EPOXY SILICA-CHITOSAN COMPOSITE XEROGEL

ABSTRACT

Epoxy-silica-Chitosan composite is a material consist of natural polymer Chitosan and inorganic polymer Epoxy-silica that can be applied for antibacterial coating agent on textile. In this research, Epoxy-silica-Chitosan composites were prepared by sol-gel method and the interaction of functional groups between two polymer in Epoxy-silica-Chitosan composite was analysed with Infra Red Spectrophotometer. The result of Infra Red Spectrophotometer analysis showed that there were interaction between hydroxyl group (O-H) of Silanol group in Epoxy-silica and amine group (N-H) in chitosan. The interaction of that functional groups was detected in Infra Red spectra through the changing of absorption peak of O-H group and N-H group in composites. The differences of the absorption peak changing of functional groups in different composition of Epoxy-silica-Chitosan composite was indicated the different binding properties of Epoxy-silica-Chitosan composite with cellulose in their application as an antibacterial coating agent.

Keywords : chitosan, epoxy-silica, composite, infra red spectroscopy

PENDAHULUAN

Nanokomposit khususnya nanokomposit organik-anorganik telah banyak dikembangkan dalam beberapa tahun terakhir karena nanokomposit tersebut memiliki kinerja yang lebih baik daripada komposit organik atau komposit anorganik sendiri. Nanokomposit organik-anorganik dapat digunakan sebagai bahan plastik, karet, fiber, perekat, pelapisan (*coating*) dan sebagainya untuk meningkatkan sifat mekanik, termal dan optik seperti kekakuan, kelenturan dan sebagainya (He *et al.*, 2002).

Nanopartikel silika banyak dipelajari dalam sistem polimer nanokomposit organik/anorganik. Oksida silika memiliki sifat nontoksik dan biokompatibel sehingga banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi. Matrik silika secara kimia stabil, bersifat hidrofilik, mudah disintesis dan memiliki kekuatan mekanik (Antovska, 2006). Nanokomposit epoksi silika/silika memiliki keuntungan dari segi kemampuan adhesi yang lebih baik pada banyak substrat, ketahanan korosi yang tinggi, ketahanan terhadap keretakan dan sebagainya serta menunjukkan performa yang baik untuk pelapisan, perekatan, dan lain-lain. Dispersi nanopartikel dalam matrik polimer memiliki pengaruh yang signifikan terhadap sifat nanokomposit.

Pembuatan nanokomposit dengan bahan dasar silika atau epoksi silika dan kitosan telah beberapa kali dilaporkan. Tan *et al.* (2005) melaporkan pembuatan komposit kitosan-silika untuk aplikasi biosensor glukosa. Saxena *et al.* (2008) melaporkan bahwa komposit kitosan-silika sebagai membran pemisah protein memiliki stabilitas dimensional dan selektifitas membran yang lebih baik daripada membran kitosan. Hal tersebut dikarenakan adanya gabungan dari kekuatan pengikatan serta stabilitas mekanik dan termal yang baik dari

material anorganik serta reaktivitas kimia yang baik dari gugus fungsional pada material organik. Aplikasi komposit kitosan-silika-paladium sebagai katalis hidrogenasi asetofenon juga telah dilaporkan oleh Sun *et al.* pada tahun 2005. Dalam penelitiannya, Sun melaporkan bahwa katalis kitosan-silika-paladium memiliki energi ikat yang lebih tinggi dibandingkan katalis paladium itu sendiri. Mahltig *et al.* (2005) melaporkan tentang penggunaan komposit silika kitosan sebagai pelapis tekstil sehingga menghasilkan tekstil antibakteri yang stabil terhadap pencucian. Penelitian Sun *et al.* (2007) menghasilkan komposit Ag-SiO₂/TiO₂ sebagai agen anti bakteri pada polimer dengan metode sol-gel dengan aktivitas antibakteri yang tinggi mencapai 99%.

Kitosan merupakan polimer alam polikationik dengan densitas yang sangat tinggi dalam larutan dan membawa muatan positif pada rentang pH di bawah 6,5. Sifat polikationik ini menyebabkan kitosan dapat berinteraksi dengan berbagai material bermuatan negatif salah satunya membran sel luar mikroba sehingga dapat berfungsi untuk menghambat pertumbuhan mikroba atau sebagai bahan antibakteri (Sandford, 1990). Keuntungan lain penggunaan kitosan sebagai bahan antibakteri adalah jumlah kitosan yang sangat melimpah di alam, yang salah satunya dapat diperoleh dari limbah cangkang udang dan kepiting (*crustacean*) yang banyak dihasilkan dari sektor industri makanan.

Pada penelitian ini akan dibuat komposit Epoksi Silika-Kitosan yang dapat difungsikan sebagai bahan pelapis antibakteri pada tekstil. Epoksi silika dibuat dengan metode sol-gel dengan prekursor GPTMS dan TEOS yang nantinya digabungkan dengan kitosan. GPTMS merupakan senyawa *crosslinking* yang dapat memberikan reaksi yang berbeda pada saat proses sol-gel berlangsung. Gugus epoksi pada

GPTMS dapat bereaksi di bawah kondisi asam untuk membentuk unit diol hidrofilik, sehingga penambahan GPTMS dapat meningkatkan hidrofilitas pelapisan silika pada substrat seperti tekstil (Mahltig *et al.*, 2004). Metode sol-gel diketahui dapat meningkatkan dispersi nanopartikel pada matrik organik (Yuan, 2005). Pelapisan silika pada kain katun dengan menggunakan epoksi silika (GPTMS) menghasilkan adhesi pelapisan yang kuat pada kain karena kemampuan *linking* dari GPTMS yang tinggi (Daoud *et al.*, 2004). Peningkatan adhesi tersebut diakibatkan oleh adanya ikatan kimia yang dihasilkan dari pembukaan cincin epoxy sehingga gugus hidroksi yang terbentuk berikatan dengan permukaan katun (Mahltig *et al.*, 2005). Xerogel komposit Epoksi Silika-Kitosan selanjutnya dianalisis dengan metode spektrofotometri infra merah untuk mengetahui interaksi antar gugus fungsi yang terjadi pada komposit.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain satu set alat refluks, erlenmeyer, gelas beker, *hot plate stirrer*, pengaduk magnet, corong gelas, kertas saring, oven pemanas, neraca analitik, termometer, cawan petri.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain NaOH p.a, HCl p.a, Asam Asetat p.a, Etanol 97%, TEOS (Tetra ethyl Ortho Silicate), *Glycidoxypropyltrimethoxysilane* (GPTMS)

Prosedur penelitian

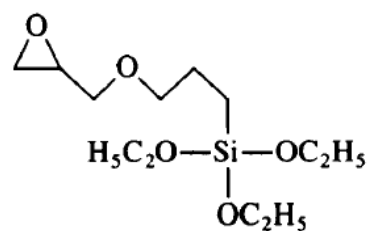
1. Pembuatan Kitosan

Kitosan dibuat dengan proses hidrolisis kitin dari limbah cangkang kepiting menggunakan larutan NaOH 50% pada temperatur 100°C selama 2

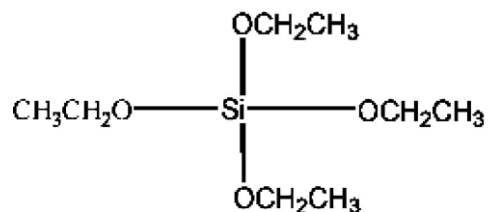
jam. Kitin diperoleh dengan mendeproteinasi cangkang kepiting dengan larutan NaOH 4% pada temperatur 85°C selama 1 jam dilanjutkan dengan mendemineralisasi dengan larutan HCl 1 M selama 30 menit. Larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 0,1 gram kitosan ke dalam 100 ml larutan asam asetat 2%.

2. Pembuatan Xerogel Komposit Epoksi Silika-Kitosan

Sol epoksi silika dibuat dengan metode sol-gel menggunakan prekursor TEOS (Tetra Ethyl Ortho Silicate) dan GPTMS (Glycidoxypropyltrimethoxysilane) yang dihidrolisis dalam larutan etanol dengan katalis HCl 0,01 M dengan konsentrasi GPTMS yang bervariasi (Mahltig, 2004). Sol selanjutnya diaduk selama 24 jam dalam temperatur ruang. Xerogel komposit epoksi silika-kitosan dibuat dengan mencampurkan larutan kitosan 0,1% dengan sol epoksi silika dengan perbandingan % volume : volume 60 : 40 selanjutnya dikeringkan selama 6 jam.



Gambar 1. Struktur GPTMS



Gambar 2. Struktur TEOS

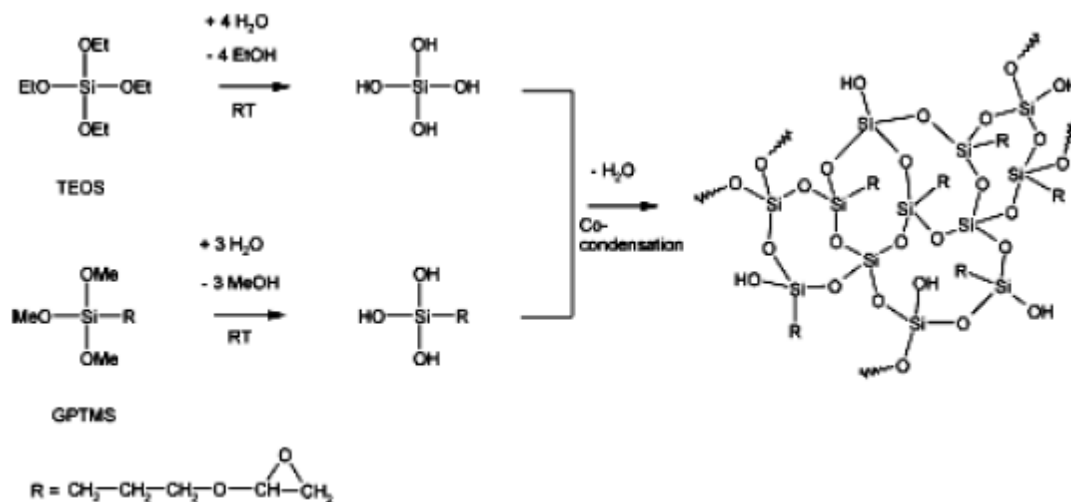
HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakteristik Fisika Kimia Komposit Epoksi Silika-Kitosan

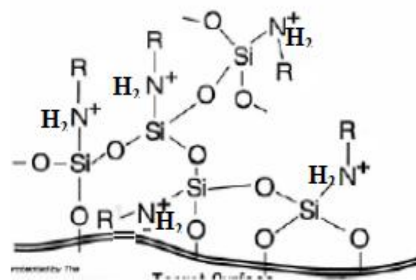
Komposit Epoksi Silika-Kitosan yang dihasilkan dari campuran larutan Kitosan dan sol Epoksi silika berupa larutan jernih. Hal ini, sangat sesuai apabila diaplikasikan sebagai agen pelapis pada berbagai substrat seperti tekstil karena tidak memberikan perubahan warna pada substrat. Gel epoksi silika dan silika yang dihasilkan dari reaksi sol-gel pada penelitian ini berupa gel transparan dimana reaksi sol-gel pada temperatur rendah akan menghasilkan pembentukan jaringan tiga dimensi dalam fasa amorf partikel

epoksi-silika seperti terlihat dalam Gambar 3.

Gugus-gugus silanol (Si-OH) pada partikel silika dapat membentuk ikatan hidrogen satu dengan yang lain sehingga membentuk agregat partikel silika (Leng *et al.*, 2007). Pengurangan gugus silanol pada partikel silika dari campuran TEOS dan GPTMS seperti terlihat pada Gambar 3 berakibat pada berkurangnya agregasi antarpartikel silika dalam nanosol epoksi silika, sehingga sifat adhesi epoksi silika lebih tinggi daripada silika saja. Dengan demikian diharapkan kemampuan ikat kitosan pada substrat seperti kain akan lebih tinggi dengan adanya penambahan epoksi silika.



Gambar 3. Reaksi hidrolisis dan kondensasi dari TEOS dan GPTMS membentuk jaringan silika (Schramm *et al.*, 2005)



Ket : R = glukosamin

Gambar 4. Model Interaksi Kitosan dengan Epoksi Silika (Anonim, 2005)

Komposit Epoksi Silika-Kitosan dimungkinkan mengalami interaksi antar gugus-gugus fungsinya karena adanya kemungkinan terbentuknya ikatan hidrogen maupun ikatan lain dalam komposit yang dihasilkan. Model interaksi kitosan dengan epoksi silika maupun silika sebagaimana disajikan pada Gambar 4, dapat melalui ikatan $S-Ni^+$ dimana Si berasal dari polimer silika dan N^+ dari gugus amina terprotonasi (NH_3^+) pada kitosan. Kemungkinan interaksi kitosan-epoksi silika maupun kitosan-silika lainnya adalah berasal dari interaksi gugus silanol pada epoksi silika ataupun silika dengan gugus hidroksil dari kitosan yang membentuk ikatan hidrogen. Interaksi yang terjadi tersebut didukung oleh data hasil analisis spektra infra merah komposit Epoksi Silika-Kitosan yang dilakukan

B. Kajian Spektra Infra Merah Kitosan

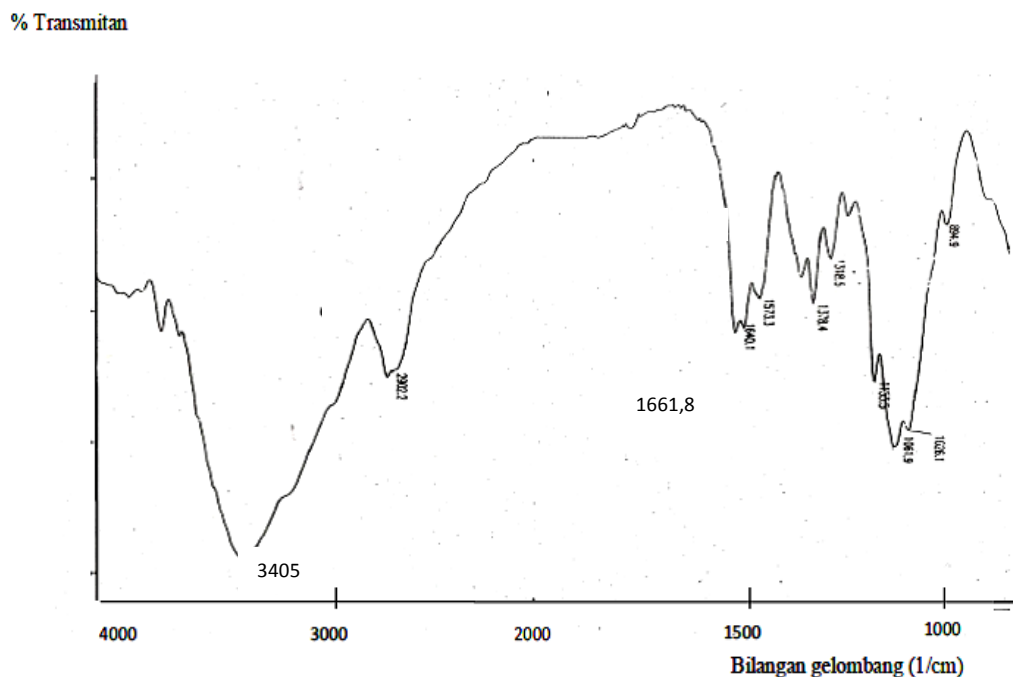
Berdasarkan spektra infra merah kitosan pada Gambar 5, terlihat adanya serapan gugus-gugus fungsi kitosan hasil isolasi antara lain serapan amida pada

daerah bilangan gelombang sekitar $1600-1500\text{ cm}^{-1}$ serta serapan gugus hidroksi (OH) pada daerah bilangan gelombang sekitar 3400 cm^{-1} .

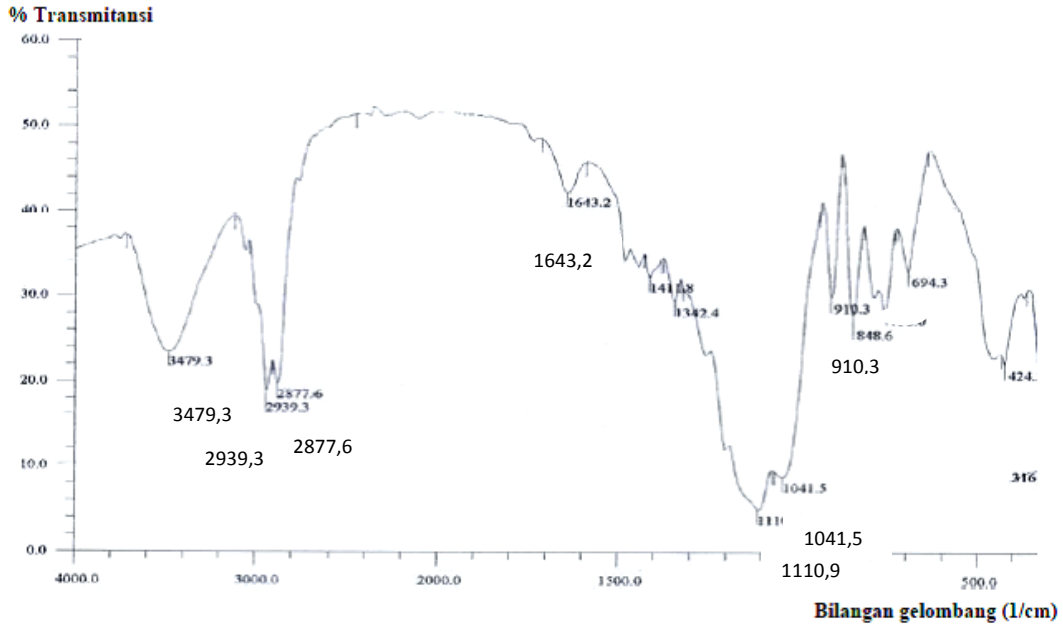
Gugus fungsional N-H pada bilangan gelombang $1661,8\text{ cm}^{-1}$ pada kitosan yang merepresentasikan adanya gugus NH_2 pada kitosan menunjukkan bahwa kitosan dapat memiliki potensi sifat antibakteri melalui gugus NH_2 yang terprotonasi pada keadaan asam. Kation NH_3^+ yang terbentuk tersebut akan berikatan secara elektrostatis dengan berbagai material seperti epoksi silika atau dinding sel bakteri yang bermuatan negatif.

C. Karakteristik Spektra Infra Merah Epoksi Silika

Spektra infra merah epoksi silika ditunjukkan pada Gambar 6. Berdasarkan hasil spektra tersebut, terlihat munculnya serapan pada daerah $910,3\text{ cm}^{-1}$ pada *xerogel* epoksi silika menunjukkan vibrasi cincin epoksida.



Gambar 5. Spektra Infra Merah Kitosan



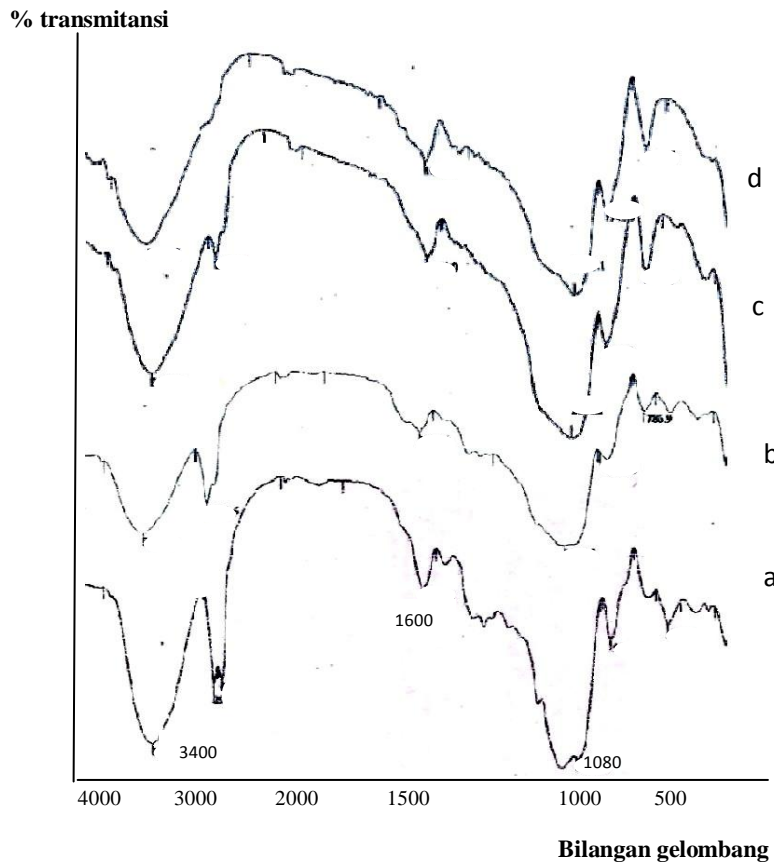
Gambar 6. Spektra Infra Merah Epoksi Silika

Naiknya intensitas serapan pada daerah 2900-2800 cm^{-1} pada spektra *xerogel* epoksi silika yang menunjukkan vibrasi ulur C-H, vibrasi ulur asimetris CH_2 , dan vibrasi ulur simetris CH_3 disebabkan adanya rantai metilen yang panjang pada struktur epoksi silika. Hal ini menandakan metode sol-gel yang dilakukan dalam penelitian ini telah menghasilkan material epoksi silika. Adanya serapan pada bilangan gelombang di sekitar 3479 cm^{-1} dan 1110,9 cm^{-1} menunjukkan serapan gugus fungsi OH dari rantai polimer Si-O pada epoksi silika.

D. Karakteristik Spektra Infra Merah Xerogel Komposit Epoksi Silika-Kitosan

Hasil analisis spektrofotometri infra merah komposit Epoksi Silika-Kitosan pada berbagai variasi konsentrasi epoksi silika menunjukkan terjadi interaksi antar

gugus fungsi dari epoksi silika dan kitosan. Interaksi antar gugus fungsi pada komposit teramati dengan adanya perubahan intensitas serapan dan pergeseran bilangan gelombang pada daerah serapan khas gugus OH dan NH. Secara umum spektra infra merah komposit epoksi silika-kitosan menunjukkan peningkatan serapan gugus OH pada bilangan gelombang sekitar 1080 cm^{-1} . Hal ini disebabkan oleh adanya penambahan gugus OH dari kitosan dan epoksi silika. Pergeseran serapan gugus OH ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil pada komposit dibandingkan spektra infra merah epoksi silika menunjukkan adanya interaksi antara gugus OH pada epoksi silika dengan gugus NH pada kitosan. Semakin kecil konsentrasi epoksi silika, interaksi antara gugus OH dengan gugus NH semakin berkurang.



Gambar 7. Spektra Infra Merah Komposit Epoksi Silika 0,01 M-Kitosan (a), Epoksi Silika 0,1 M-Kitosan (b), Epoksi Silika 0,5 M-Kitosan (c), Epoksi Silika 3 M-Kitosan (d)

Penurunan intensitas pada daerah serapan gugus NH pada bilangan gelombang sekitar 1600 cm^{-1} juga menunjukkan adanya interaksi antara gugus NH dengan gugus OH. Semakin tinggi konsentrasi epoksi silika dalam komposit, maka interaksi antara gugus NH dengan gugus OH semakin meningkat yang ditunjukkan dengan semakin menurunnya intensitas serapan di daerah vibrasi gugus NH di daerah bilangan gelombang 1600 cm^{-1} .

KESIMPULAN

Material komposit epoksi silika-kitosan menunjukkan karakteristik interaksi antar gugus-gugus fungsinya yang ditunjukkan oleh analisis

spektrofotometri infra merah. Interaksi yang terjadi tersebut menunjukkan bahwa material kitosan dan material epoksi silika bergabung dalam komposit melalui interaksi kimia antara gugus fungsi OH pada epoksi silika dengan gugus fungsi NH pada kitosan. Semakin tinggi konsentrasi epoksi silika pada komposit, interaksi antar gugus fungsi tersebut semakin meningkat. Perbedaan interaksi ini memungkinkan terjadi perbedaan interaksi komposit dengan material lain dalam aplikasinya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis disampaikan kepada Pemerintah Republik Indonesia yang mendanai

penelitian ini melalui Program Insentif Riset Terapan dari Kementerian Negara Riset dan Teknologi serta Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada yang memfasilitasi sarana dan prasarana dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2005, *Intelligent Textile Structures-Application, Production and Testing*, Presentation slides of Flexifunbar Co. in International workshop 12-13/5/2005. Thessaloniki, Greece, Amphitheater of Thessaloniki technology Park.
- Antovska, P., M., Cvetkovska, & K., Goračinova, K., 2006, Preparation and Characterization of Sol-Gel Processed Spray Dried Silica Xerogel Microparticles as Carrier of Heparin Sodium, *Bulletin of the Chemists and Technologists of Macedonia*, Vol. 25, No. 2, 121-126
- Daoud, W.A., J.H., Xin, & X., Tao, 2004, Superhydrophobic Silica Nanocomposite Coating by a Low-Temperature Process, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 87, No. 9, 1782-1784.
- He, Q., L., Wu, G., Gu, B., You, 2002, Preparation and Characterization of Acrylic/Nano-TiO₂ Composite Latex, *High Performance Polymers*, Vol. 14, 383.
- Leng, P.B., H.M., Akil, & O.H., Lin, 2007, Thermal Properties of Microsilica and Nanosilica Filled Polypropylene Composite with Epoxy as Dispersing Aid, *J. Reinf. Plast. Compos.*, Vol. 26, 761-770.
- Mahlting, B., Bottcher, H., Knittel, D. & Schollmeyer, E., 2004, Light and Fading Wash Fastness of Dyed Nanosol-Coated Textiles, *Textile Res. J.*, **74**, 521-527.
- Mahlting, B., H., Haufe, & H., Bottcher, 2005, Functionalisation of Textile by Inorganic sol-gel coatings, *J. Mater. Chem.*, Vol.15, 4385-4398.
- Sandford, P.A., 1990. High Purity Chitosan and Alginate : Preparation, Analysis and Applications, *Proceeding of a conference on Frontiers in Carbohydrate Research*, Purdue University, Indiana USA.
- Saxena A., B.P., Tripathi, & V.K., Shahi, 2008, An Improved Process For Separation of Proteins Using Modified Chitosan-Silica Cross-linked Charged Ultrafilter Membranes Under Coupled Driving Forces: Isoelectric Separation of Proteins, *J. Colloid Interface Sci.*, Vol. 319, 252-262
- Schramm, C., B., Rinderer, W.H., Binder, R., Tessadri, & H., Duelli, 2005, Treatment of 1,3-dimethylol-4,5-dihydroxymidazolidine -2-one finished cellulosic material with tetraethoxysilane or glycidylxypropyl-trimethoxysilane solutions, *J. Mater. Sci.*, Vol. 40, 1883-1891.
- Sun, B., S., Sun, W., Zhang, 2007, *Preparation and antibacterial activities of Ag-doped SiO₂-TiO₂ composite films by liquid phase deposition (LPD) method*, *J. of Mater. Sci.*, Vol 42 : 10085-10089
- Tan, X.C., Y., Tian., P., Cai, & X., Zou, 2005, Glucose Biosensor Based on Glucose Oxidase Immobilized In Sol-Gel Chitosan/Silica Hybrid Composite Film on Prussian Blue Modified Glass Carbon Electrode, *Anal. Bioanal. Chem.*, Vol. 381., 500-507.
- Yuan, J., S., Zou, G., Gu,L., Wu, 2005, Effect of The Particle Size of Nanosilica on The Performance of Epoxy Silica Composite Coating, *J. of Mater Sci.*, Vol. 40, 3927-3932.