

Studi Pengaruh pH dan Konsentrasi Garam Prekursor AgNO_3 pada Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Menggunakan Minyak Cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.) serta Uji Aktivitas Antibakteri terhadap *Escherichia coli*

Yuli Ainul Rosita*¹, Elvina Dhiaul Iftitah^{1,2}, Masruroh³

¹Jurusan Kimia Universitas Brawijaya; Jl. Veteran, Malang 65145, Jawa Timur, Indonesia

²Institut Atsiri Universitas Brawijaya; Jl. Veteran, Malang 65145, Jawa Timur, Indonesia

³Jurusan Fisika Universitas Brawijaya; Jl. Veteran, Malang 65145, Jawa Timur, Indonesia

Corresponding author : vin_iftitah@ub.ac.id

Abstrak

Penelitian ini mempelajari pengaruh pH dan konsentrasi garam prekursor AgNO_3 pada sintesis nanokomposit ZnO-Ag menggunakan bioreduktor minyak cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.) dengan bantuan microwave. Variasi pH larutan yang digunakan adalah 6, 9 dan 12. Konsentrasi garam prekursor AgNO_3 terhadap prekursor $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan perbandingan $[\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]:[\text{AgNO}_3]$ adalah 5:1, 5:3 dan 5:5 mM. Karakterisasi hasil produk sintesis dianalisis dengan XRD dan SEM-EDS. Uji aktivitas antibakteri terhadap *Escherichia coli* menggunakan metode difusi sumuran. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa pH dan konsentrasi garam prekursor AgNO_3 mempengaruhi ukuran kristal. Semakin besar pH, maka ukuran kristal semakin besar. Semakin kecil konsentrasi garam prekursor AgNO_3 , semakin kecil ukuran kristal, sekitar (8,31–41,23 nm). Ukuran kristal terkecil tercapai pada pH 9 dengan perbandingan konsentrasi garam prekursor $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}:\text{AgNO}_3$ (5:1 mM) dengan terlihat adanya puncak kristal ZnO, $\text{Zn}(\text{OH})_2$ dan Ag. Berdasarkan analisis SEM-EDS menunjukkan morfologi logam Ag yang tersebar pada logam ZnO dengan massa% Zn (51,73%), O (39,74%) dan Ag (8,53%). Hasil uji antibakteri terhadap *Escherichia coli* mampu menghambat sebesar 16,5 mm.

Kata kunci— sintesis, nanokomposit ZnO-Ag, minyak cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.) dan antibakteri.

Abstract

This research studied the effect of pH and AgNO_3 precursor salt concentration on the synthesis of ZnO-Ag nanocomposites using clove oil (*Syzygium aromaticum* L.) bioreduktor with the help of microwave. The pH variation of the solution used is 6, 9 and 12. The concentration of AgNO_3 salt precursors to the precursor $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ with the ratio of $[\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]: [\text{AgNO}_3]$ is 5: 1, 5: 3 and 5: 5 mM. The characterization of the results of the synthesis product was analyzed by XRD and SEM-EDS. Test the antibacterial activity against *Escherichia coli* using the diffusion well method. The results of XRD characterization showed that the pH and concentration of AgNO_3 precursor salts affected crystal size. The greater the pH, the larger the crystal size. The smaller the salt concentration of AgNO_3 precursors, the smaller the crystallite size, about (8.31-41.23 nm). The smallest crystal size was reached at pH 9 by comparison of the concentrations of $\text{Zn}(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}:\text{AgNO}_3$ (5: 1 mM) precursor salts with visible peaks of ZnO, $\text{Zn}(\text{OH})_2$ and Ag. Based on SEM-EDS analysis, the morphology of Ag metals is spread over ZnO metals with mass% Zn (51.73%), O (39.74%) and Ag (8.53%). The results of the antibacterial test on *Escherichia coli* were able to inhibit 16.5 mm.

Keywords— synthesis, nanocomposite ZnO-Ag, clove oils (*Syzygium aromaticum* L.) and antibacterial.

1. PENDAHULUAN

Perkembangan baru-baru ini di bidang *sains* material dan teknik kemajuan di bidang nanoteknologi telah diciptakan biomaterial dan permukaan baru dengan sifat antiinfeksi, *antifouling*, antibakteri, dan *antibiofilm* [1]. Salah satu logam semikonduktor kini yang menjadi perhatian para peneliti sebagai material fotokatalis adalah seng oksida (ZnO). Logam semikonduktor mempunyai kemampuan degradasi polutan yang lebih efektif, ekonomis, dan ramah lingkungan. Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari ZnO, salah satu caranya yaitu dengan mendoping nanostruktur logam transisi kedalam ZnO [2]. Pengembangan Ag Nanopartikel (AgNP) sebagai generasi baru agen antibakteri dapat menjadi cara yang menarik dan hemat biaya untuk mengatasi masalah resistensi obat yang terlihat dengan bakteri gram negatif salah satunya yaitu terhadap bakteri *Escherichia coli* [3].

Sintesis nanomaterial pada awalnya menggunakan metode hidrotermal pada suhu reaksi yang relatif rendah, dispersi yang seragam untuk doping ion logam, dan kontrol stoikiometri dan dapat memperoleh sampel homogen [4,5]. Kelemahan metode hidrotermal salah satunya adalah waktu sintesis yang diperlukan relatif lama [6]. Metode pemanasan dengan refluks juga memerlukan waktu yang lama [7]. Solusinya adalah dengan metode pemanasan dengan menggunakan *microwave* [8]. Metode ini menarik untuk sintesis bahan oksida multi-komponen dalam waktu singkat dengan menghasilkan produk yang memiliki ukuran partikel kecil dengan luas permukaan yang besar [7].

Penelitian ini menggunakan minyak cengkeh sebagai media reaksi pembentukan ZnO untuk mereduksi Ag^+ menjadi Ag^0 serta mempelajari pengaruh pH dan konsentrasi garam prekursor $AgNO_3$ serta uji aktivitas terhadap bakteri *Escherichia coli*.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Karakterisasi Minyak Cengkeh

Minyak cengkeh yang diperoleh dari Kabupaten Kulon Progo (Yogyakarta) dianalisis kandungan senyawanya menggunakan GC-MS. Sebanyak 5 tetes minyak daun cengkeh dilarutkan kedalam 10 mL etanol. Kemudian minyak cengkeh yang telah dipreparasi dilakukan analisis menggunakan GC-MS.

2.2 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi pH (6, 9 dan 12)

Sebanyak 30 mL minyak cengkeh dilarutkan kedalam 100 mL etanol sambil dilakukan pengadukan. Selanjutnya ditambahkan 100 mL larutan $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$ 5 mM dengan cara penetesan sambil dilakukan pengadukan. Sebanyak 50 mL larutan NaOH 0,2 M ditambahkan kedalam suspensi kemudian diukur pH larutan menjadi 9. Dilakukan reaksi dengan menggunakan pemanas *microwave* pada daya 450 W selama 10 menit. Dilanjutkan dengan penambahan 100 mL larutan $AgNO_3$ 3 mM ditambahkan kedalam suspensi dengan cara penetesan. Kemudian dilakukan reaksi kembali selama 10 menit. Produk reaksi yang diperoleh didinginkan dan disentrifugasi lalu produk reaksi ditampung di botol vial untuk diambil sedikit *supernatant* dan minyak, kemudian disaring menggunakan kertas Whatman No. 41 sehingga diperoleh padatan dan filtrat. Padatan dicuci menggunakan etanol untuk menghilangkan sisa minyak cengkeh kemudian dikeringkan pada temperatur 110 °C selama 2 jam. Proses reaksi dilakukan pada daya 450 W dengan divariasi pada pH 12 dan kemudian dilakukan pada pH 6 tanpa penambahan larutan NaOH. Hasil terbaik dari variasi pH adalah pH 9 dan dilanjutkan untuk variasi nanokomposit ZnO-Ag konsentrasi garam prekursor $AgNO_3$.

2.3 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Konsentrasi Garam Prekursor AgNO₃

Sebanyak 30 mL minyak cengkeh dilarutkan kedalam 100 mL etanol sambil dilakukan pengadukan. Selanjutnya ditambahkan 100 mL larutan Zn(Ac)₂·2H₂O 5 mM dengan cara penetasan sambil dilakukan pengadukan. Sebanyak 50 mL larutan NaOH 0,2 M ditambahkan kedalam suspensi kemudian diukur pH larutan menjadi 9. Dilakukan reaksi dengan menggunakan pemanas *microwave* pada daya 450 W selama 10 menit. Dilanjutkan dengan penambahan 100 mL larutan AgNO₃ 1 mM ditambahkan kedalam suspensi dengan cara penetasan. Kemudian dilakukan reaksi kembali selama 10 menit. Produk reaksi yang diperoleh didinginkan dan disentrifugasi lalu produk reaksi ditampung kedalam botol vial diambil sedikit *supernatant* dan minyak, kemudian disaring menggunakan kertas Whatman No. 41 sehingga diperoleh padatan dan filtrat. Padatan dicuci menggunakan etanol untuk menghilangkan sisa minyak cengkeh kemudian dikeringkan pada temperatur 110 °C selama 2 jam. Proses reaksi dilakukan kembali pada daya 450 W dengan variasi konsentrasi [Zn(Ac)₂·2H₂O]:[AgNO₃] yaitu (5:3) dan (5:5) mM.

2.4 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Panjang gelombang sumber sinar Cu-Kα (1.542 Å) [7] pada suhu kamar. Rentang 2θ yang digunakan pada 20°-80°, sampel nanokomposit ZnO-Ag yang dianalisis dijadikan serbuk halus dan diletakkan dalam wadah sampel yang ditekan dengan *glass slide* sehingga menjadi permukaan yang rata. Kemudian wadah sampel yang telah siap dimasukkan dalam slot XRD dan dilakukan analisis.

2.5 Karakterisasi Scanning Electron Miscroscopy with Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

Karakterisasi dilakukan dengan metode serbuk, diambil sampel nanokomposit ZnO-Ag dari hasil terbaik, diletakkan pada *sample holder* yang terbuat dari karbon. Selanjutnya sampel dimasukkan dalam wadah vakum dan siap untuk dilakukan analisis. Untuk hasil SEM-EDS sampel difoto dengan sudut yang diinginkan pada perbesaran 200x, 10.000x, 50.000x, dan 100.000x.

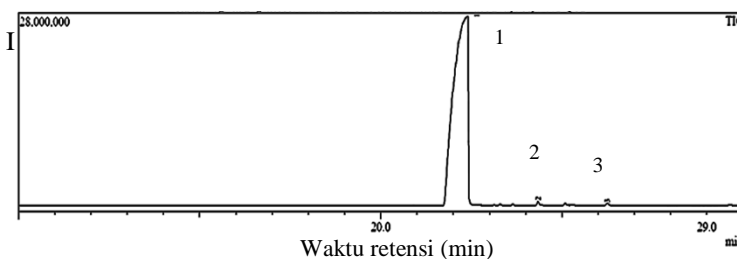
2.6 Uji Aktivitas Antibakteri terhadap *Escherichia coli*

Pengujian daya hambat nanokomposit ZnO-Ag terhadap pertumbuhan bakteri *Escherichia coli* dilakukan dengan metode difusi sumuran. Aktivitas antibakteri produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag dievaluasi dengan menggunakan difusi sumuran (diameter 6 mm) yang mana menggunakan metode pada *Mueller Hinton Agar* (MHA). Pelat agar MHA diinokulasi dengan menggunakan strain bakteri di bawah kondisi septik dan dibuat sumuran kemudian diisi dengan menggunakan 0,03 g sampel uji dan diinkubasi pada suhu 37 °C selama 24 jam. Setelah masa inkubasi, diameter zona hambat pertumbuhan bakteri diukur [9].

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis Hasil Penjernihan Minyak Cengkeh dengan GC-MS

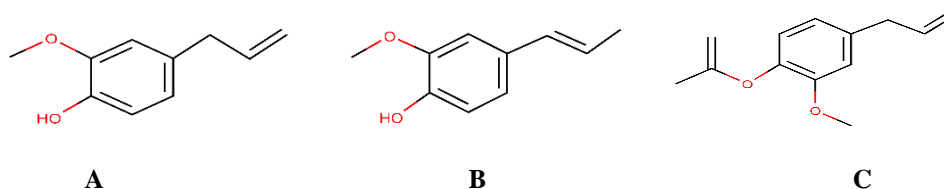
Karakterisasi minyak cengkeh dengan GC-MS digunakan untuk mengetahui komponen yang terdapat dalam minyak cengkeh. Komponen terbesar minyak cengkeh adalah eugenol sebesar 99,67%. Berikut kromatogram minyak dan data tabulasi hasil analisa MS disajikan pada **gambar 1** dan **tabel 1**:



Gambar 1: Kromatogram Minyak Cengkeh

Tabel 1 Hasil analisis GC-MS minyak cengkeh

Peak	Nama Senyawa	Waktu retensi	Area (%)	Height (%)
1	Eugenol	22,413	99,67	87,33
2	Iso-Eugenol	24,342	0,22	1,76
3	Eugenil Asetat	26,253	0,11	0,91



Gambar 2: Struktur senyawa penyusun minyak cengkeh

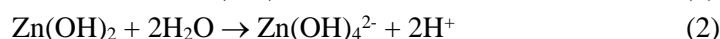
A). Eugenol B). Iso-Eugenol C). Eugenil Asetat

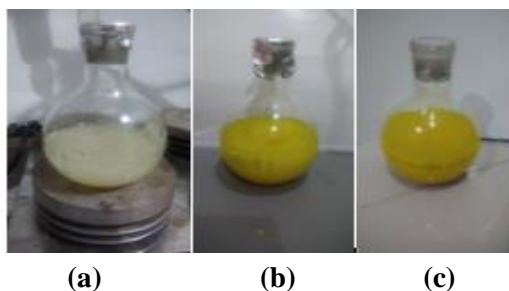
Berdasarkan kromatogram GC pada gambar 1 terdapat tiga komponen penyusun minyak cengkeh yaitu senyawa eugenol, iso-eugenol dan eugenil asetat (gambar 2). Puncak tertinggi dari minyak cengkeh adalah senyawa eugenol. Senyawa eugenol berperan dalam proses sintesis nanokomposit ZnO-Ag digunakan sebagai medium pembentukan nanopartikel ZnO sekaligus sebagai bioreduktor ion Ag⁺ menjadi Ag⁰.

3.2 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi pH (6, 9 dan 12)

Variasi pH 6, 9 dan 12 dilakukan untuk melihat pengaruh pembentukan kristal ZnO. Dalam sintesis nanokomposit ZnO-Ag pada pembentukan kristal ZnO, semakin asam maka berpengaruh terhadap proses pembentukan endapan yang semakin sedikit. Penambahan larutan NaOH dapat memicu terbentuknya endapan yang sangat cepat (pH 9 dan 12) dalam keadaan basa [10]. Sehingga semakin basa produk yang terbentuk semakin meningkat (tabel 2).

Fungsi dari penambahan NaOH dalam reaksi ini yaitu untuk sumber -OH dimana dalam metode pembentukan ZnO dalam keadaan basa. Semakin basa larutan, maka semakin pekat warna yang terbentuk seperti pada gambar 3. Berikut reaksi yang terjadi antara Zn(CH₃COO)₂·2H₂O dengan NaOH [11]:





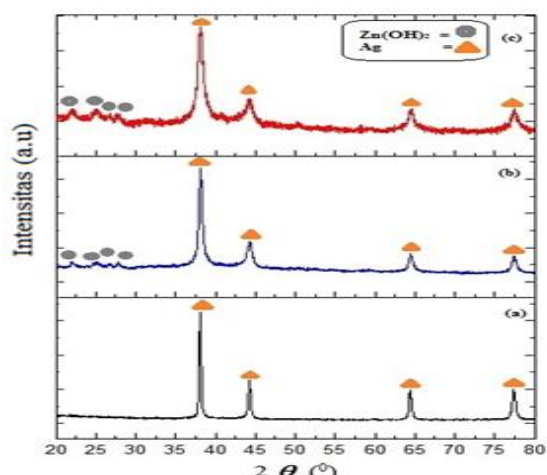
Gambar 3: Warna larutan ketika ditambahkan NaOH
(a) pH 6 (b) pH 9 dan (c) pH 12

3.3 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag Variasi pH (6, 9 dan 12) dengan XRD

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui struktur penyusun dan kualitas nanokomposit yang terbentuk dalam produk sintesis yaitu kristal ZnO dan Ag. Analisis lebih lanjut digunakan dengan *X'pert High Score Application*, aplikasi ini dapat menentukan senyawa sesuai peak yang muncul dalam difraktogram yang menunjukkan hubungan 2θ vs intensitas. Hasil sintesis nanokomposit ZnO-Ag yaitu pH 9 dan 12 diperoleh kristal $\text{Zn}(\text{OH})_2$ pada puncak khas 2θ yaitu pada pH 9 sekitar $20,46-27,72^\circ$ dan pH 12 sekitar $22,07-27,72^\circ$. Sedangkan pada pH 6 tidak terlihat puncak yang menunjukkan ZnO maupun $\text{Zn}(\text{OH})_2$. Difraktogram hasil XRD, puncak 2θ dari hasil sintesis ZnO-Ag ini sesuai dengan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ standar nanokomposit yang terbentuk dominan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ dan Ag (JSPDS) sesuai dengan indeks Miller dengan struktur FCC (*Face Cubic Centered*) [12]. Struktur yang terbentuk dari sintesis ZnO-Ag pada pH 6, 9 dan 12 adalah struktur kristal kubik [11]. Namun struktur ZnO yang paling stabil adalah *wurthzite* heksagonal.

Karakteristik kristal yang terbentuk pada pH 9 dan 12 adalah kristal $\text{Zn}(\text{OH})_2$ yang merupakan intermediet dari ZnO. Hal ini diakibatkan tanpa bantuan proses sonikasi dalam sintesis nanokomposit ZnO-Ag, karena radiasi ultrasonik tersebut merupakan salah satu cara yang dapat menginduksi molekul dalam proses reaksi kimia yang dapat memecahkan ikatan kimia material di dalam medium cair [13]. Ditampilkan (**gambar 4**) perbandingan pola difraksi sinar-X hasil sintesis nanokomposit ZnO-Ag pada pH 6, 9 dan 12. Apabila dilihat dari puncak yang terbentuk dalam difraktogram pada pH 9 tidak adanya pengotor lain yang muncul pada difraktogram yang ditandai dengan adanya puncak runcing dan spesifik [12]. Kemiripan ini sesuai dengan (JSPDS No. 0036-1451) yaitu kristal ZnO, sedangkan pada kristal Ag yang terbentuk sesuai dengan (JSPDS No.04-0783).

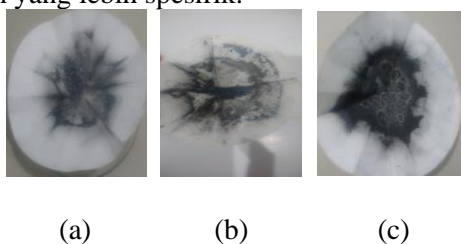
Puncak 2θ karakteristik kristal Ag hasil sintesis pada pH 6 sekitar $38,05^\circ$, $44,24^\circ$, dan $64,38^\circ$, pada pH 9 sekitar $38,09^\circ$, $44,28^\circ$, dan $64,43^\circ$, sedangkan pada pH 12 sekitar $38,07^\circ$, $44,20^\circ$, dan $64,45^\circ$. Sehingga indeks dari masing-masing pH mempunyai hkl yang sama yaitu (005), (105), dan (200), karakteristik dari logam Ag tersebut menunjukkan *Face Centere Cubic* (FCC) sesuai dengan (JSPDS No.04-0783). Bahwa nanokomposit ZnO-Ag yang terbentuk mengkonfirmasi adanya ZnO nanopartikel ($\text{Zn}(\text{OH})_2$ -NP) dan Ag-NP, pada pH 9 dan 12. Tidak terbentuknya nanokomposit ZnO-Ag pada pH 6 ini, disebabkan pembentukan ZnO-NP ini dalam keadaan asam dimana ZnO maupun $\text{Zn}(\text{OH})_2$ sebagai inti terenkapsulasi di dalam cangkang Ag sehingga dapat menghambat pertumbuhan kristalin ZnO maupun $\text{Zn}(\text{OH})_2$, dikarenakan pertumbuhan ZnO maupun $\text{Zn}(\text{OH})_2$ dalam bentuk amorf. Untuk menentukan ukuran suatu kristal dengan menggunakan persamaan *Scherrer*. Hasil terbaik variasi pH diperoleh nanokomposit ZnO-Ag pH 9 dengan ukuran kristal $\text{Zn}(\text{OH})_2$ sebesar 12,37 nm dan Ag sebesar 18,74 nm serta dilanjutkan parameter variasi kedua dengan menggunakan konsentrasi garam prekursor AgNO_3 .



Gambar 4: Difraktogram nanokomposit ZnO-Ag pada (a) pH 6, (b) pH 9 dan (c) pH 12.

3.4 Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Konsentrasi Garam Prekursor AgNO₃

Terbentuknya endapan Zn(OH)₂ ditandai dengan berubahnya campuran larutan menjadi putih. pH basa dapat memicu terbentuknya endapan Zn(OH)₂ [10]. Ditambahkan larutan garam prekursor AgNO₃ dengan penambahan tetes pertetes agar terdapat banyak tempat yang cocok untuk nukleasi sehingga dapat dihasilkan partikel yang lebih halus yang dapat memicu peningkatan luas permukaan yang lebih spesifik.



Gambar 5: Produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag variasi konsentrasi garam prekursor AgNO₃ (a)5:1 (b)5:3 dan (c)5:5 mM

Pada **gambar 5** ditunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi AgNO₃ semakin pekat warna produk yang terbentuk dan semakin besar massa produk yang terbentuk (**tabel 2 dan 3**). Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya, semakin besar konsentrasi garam prekursor yang ditambahkan, semakin besar mol larutan. Dengan semakin besar mol, maka semakin besar pula jumlah partikel garam dalam satuan volume tertentu [14].

Tabel 2 massa produk variasi pH

Variasi pH	Massa produk (g)
6	0,0499
9	0,1611
12	0,2880

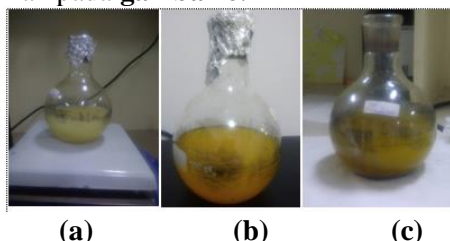
Tabel 3 massa produk pada variasi konsentrasi garam prekursor AgNO₃

Variasi Konsentrasi Garam Prekursor AgNO ₃ (mM)	Massa produk (g)
5:1	0,0926
5:3	0,1611
5:5	0,2019

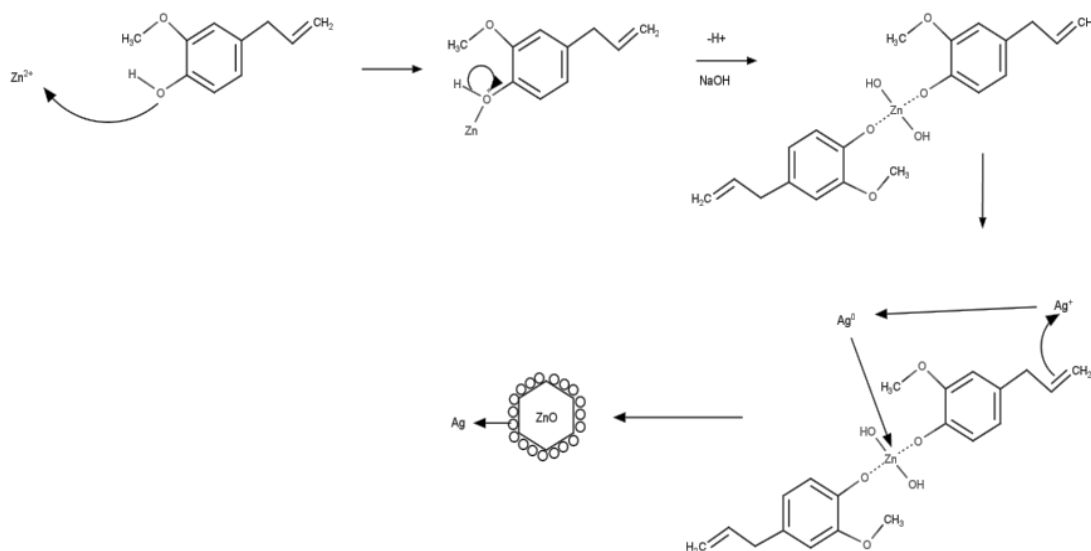
Semakin besar konsentrasi garam prekursor AgNO₃, semakin banyak endapan perak yang terbentuk dan semakin pekat warna produk yang dihasilkan [15]. Namun dengan perbandingan konsentrasi [Zn(Ac)₂.2H₂O]:[AgNO₃] yang lebih pada konsentrasi AgNO₃ dapat menyebabkan terenkapsulasinya endapan ZnO oleh Ag. Sehingga konsentrasi terbaik yaitu pada perbandingan [Zn(Ac)₂.2H₂O]:[AgNO₃] = 5: 1 mM.

3.5 Mekanisme Sintesis Nanokomposit ZnO-Ag

Sintesis nanokomposit ZnO-Ag menggunakan senyawa eugenol yang berperan mereduksi ion Ag^+ menjadi Ag^0 serta berperan dalam pembentukan nanopartikel. Pembentukan kompleks $Zn(OH)_2$ ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi putih keruh. Saat ditambahkan larutan NaOH menjadi kuning, semakin basa kondisi dalam suatu campuran larutan maka larutan menjadi kuning pekat. Sedangkan ketika ditambahkan larutan $AgNO_3$ warna larutan menjadi kuning kehijauan seperti yang ditunjukkan pada **gambar 6**.



Gambar 6: Warna larutan sesudah penambahan larutan (a) $Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$, (b) NaOH dan (c) $AgNO_3$

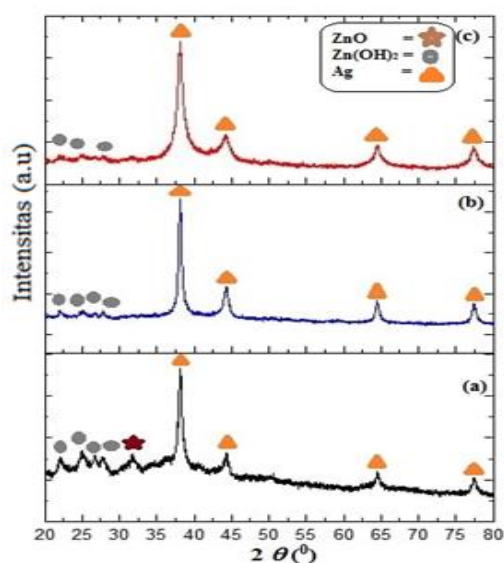


Gambar 7: Dugaan mekanisme yang terjadi pada pembentukan nanokomposit ZnO-Ag.

Eugenol sebagai komponen utama dalam mengkomplekskan ion Zn^{2+} , hal ini disebabkan oleh gugus fungsi hidroksil (-OH) dan karbonil (C=O) dan ikatan rangkap (=) sebagai agen pereduksi ion logam. Sehingga elektron dari cincin karbon yang mereduksi ion logam [8].

3.6 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag Variasi Konsentrasi Garam Prekursor $AgNO_3$ pada pH 9 dengan XRD

Karakterisasi nanokomposit ZnO-Ag pH 9 variasi konsentrasi garam prekursor ZnO-Ag dengan menggunakan XRD diperoleh komponen penyusun nanokomposit ZnO, $Zn(OH)_2$ dan Ag hal ini terlihat pada difraktogram yang terbentuk seperti pada **gambar 8**. Pada variasi konsentrasi garam prekursor $AgNO_3$ dengan perbandingan $[Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O] : [AgNO_3]$ yaitu (5:1; 5:5 dan 5:5 mM). Puncak spesifik dari ZnO yaitu pada 2θ ($^\circ$) sekitar $31,73^\circ$ struktur yang terbentuk dari sintesis ZnO-Ag pada pH 9 terbentuk kristal ZnO dengan puncak yang spesifik. Struktur yang terbentuk adalah struktur kristal kubik [1]. Namun struktur ZnO yang paling stabil adalah *wurthzite* heksagonal apabila dibandingkan dengan struktur yang lain.



Gambar 8: Difraktogram nanokomposit ZnO-Ag pada pH 9 variasi konsentrasi garam prekursor AgNO₃ dengan perbandingan konsentrasi a). 5:1 mM b). 5:3 mM c). 5:5 mM.

Hasil sintesis ZnO-Ag variasi konsentrasi garam prekursor AgNO₃ diperoleh hasil terbaik pada perbandingan konsentrasi [Zn(Ac)₂.2H₂O]:[AgNO₃] yaitu 5:1 mM terdapat puncak spesifik ZnO dan Ag, akan tetapi ada puncak lain yaitu Zn(OH)₂. Hal ini dikarenakan Zn(OH)₂ belum terhidrolisis secara sempurna menjadi ZnO. Pemilihan hasil terbaik dari kedua variasi, dilihat dari puncak difraktogram yang terbentuk, intensitas, FWHM dan ukuran partikel dilihat skala yang terkecil. Hasil terbaik dari sintesis nanokomposit dilakukan karakterisasi dengan SEM-EDS dan uji aktivitas antibakteri.

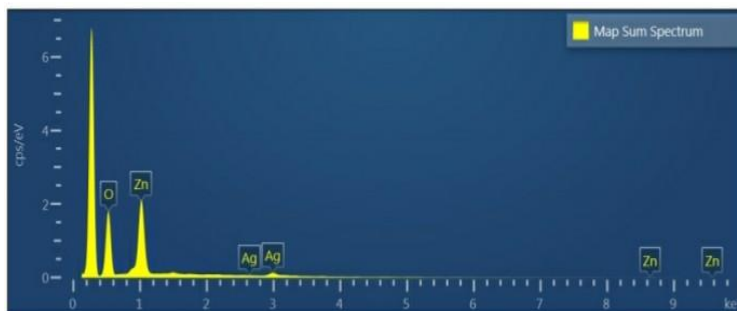
3.7 Karakterisasi Nanokomposit ZnO-Ag dengan (SEM-EDS)

Hasil terbaik dari variasi pH dan konsentrasi garam prekursor AgNO₃ pada analisa SEM-EDS digunakan untuk mengetahui atom dalam produk sintesis nanokomposit ZnO-Ag.

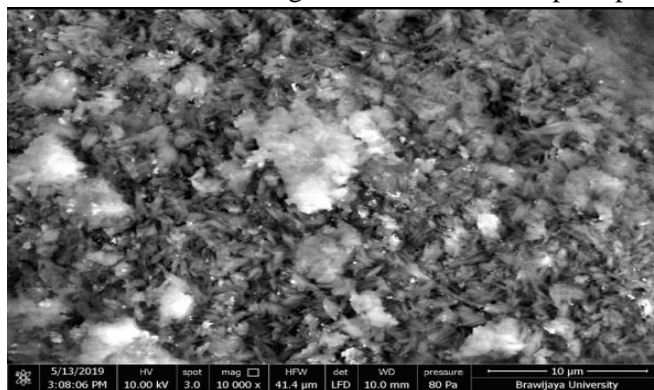
Tabel 4 Komposisi unsur dalam nanokomposit ZnO-Ag dengan menggunakan SEM-EDS

	Unsur		
	Zn	O	Ag
Berat (%)	51,73	39,74	8,53
Atom (%)	23,59	74,05	2,36

Dari analisis SEM-EDS ini, ditunjukkan pada **tabel 4** terdapat atom paling dominan O, kemudian atom Zn dan Ag. Hal ini terbukti bahwa hasil penelitian pada nanokomposit ZnO-Ag variasi konsentrasi garam prekursor AgNO₃ konsentrasi 5:1 mM (pH 9) terbentuk. Puncak pada spektra yang ditunjukkan oleh EDS adalah unsur Zn, O dan Ag dan terdapat *impurity* pada nanokomposit yang terbentuk terdapat pada **gambar 9**. Hasil EDS memberikan informasi bahwa di dalam produk sintesis nanokomposit terdapat unsur Zn, O dan Ag dengan kelimpahan unsur Zn paling besar yang disebabkan oleh rasio konsentrasi garam prekursor Zn:Ag yang digunakan yaitu 5:1 (**gambar 9**).



Gambar 9: EDS ZnO-Ag konsentrasi 5:1 mM pada pH 9



Gambar 10: Micrograph SEM ZnO-Ag konsentrasi 5:1 mM pada pH 9

Pada **gambar 10** dengan perbesaran 10.000x terlihat berbentuk *rods* yang ditutupi oleh bulir-bulir kecil, sehingga ZnO tertutupi oleh beberapa bulir maupun Ag. Dengan adanya doping perak (Ag) ini, membuat lapisan ZnO semakin banyak bulir yang dapat diperkirakan bahwa Ag yang menutupi ZnO. Pada penelitian sebelumnya, berhasil dengan cara mendeposisikan ZnO doping Ag menggunakan metode sol gel dan juga *photochemical* berbentuk bulir-bulir [16]. Pada **gambar 10** perbesaran 10.000x terlihat jelas adanya unsur Zn terbentuk menyerupai *rods* (batang) yang panjang sedangkan unsur Ag terbentuk menyerupai bola bulat berwarna putih dengan warna yang lebih terang.

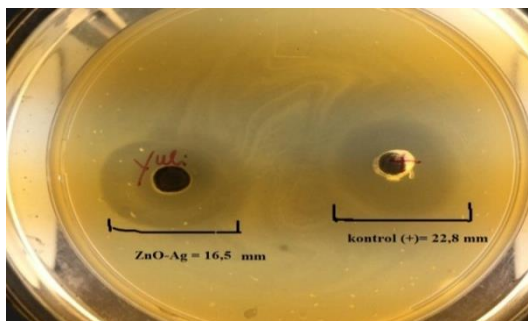
3.8 Uji Aktivitas Antibakteri terhadap *Escherichia coli*

Hasil terbaik dari kedua variasi tersebut diperoleh nanokomposit ZnO-Ag konsentrasi 5:1 mM pada pH 9 dan diuji aktivitas antibakteri terhadap bakteri *Escherichia coli* untuk mengetahui zona hambatnya. Produk nanokomposit ZnO-Ag dengan massa 30 mg, mempunyai zona hambat sekitar 16,5 mm dapat dilihat pada **gambar 11**. Hasil dari antibiotik *Streptomycin* memberikan hambatan sebesar 22,8 mm seperti yang ditunjukkan pada **tabel 5**.

Dari hasil tersebut menggambarkan bahwa antibiotik memberikan hambatan lebih besar dibandingkan produk nanokomposit ZnO-Ag 5:1 pada pH 9. Sehingga produk sintesis tersebut dapat digunakan untuk menghambat bakteri, namun kurang efektif terhadap pertumbuhan antimikroba. Aplikasinya digunakan dalam berbagai perangkat medis untuk kontrol antimikroba dan dapat sebagai pengganti antibiotik dalam menyembuhkan kesehatan manusia [17]. Pemilihan ukuran terkecil masing-masing kristal merupakan salah satu penyebab mampunya nanokomposit ZnO-Ag dapat saling berinteraksi dengan permukaan mikroorganisme, semakin kecil ukurannya maka mempunyai luas permukaan yang besar. Dengan luas permukaan yang besar mempunyai peluang besar untuk berinteraksi antara produk sintesis dengan mikroorganismenya [18].

Tabel 5: Zona hambat produk nanokomposit ZnO-Ag terhadap bakteri *Escherichia coli*.

Sampel	Zona hambat (mm)
ZnO-Ag 5:1 mM	16,5
Kontrol positif (Streptomicyn)	22,8

**Gambar 11:** Zona hambat nanokomposit ZnO-Ag terhadap bakteri *Escherichia coli*.

Daya hambat ini dipengaruhi oleh luas permukaan dari partikel ZnO dan Ag. Hal ini disebabkan semakin besar luas permukaan, semakin efektif sisi aktif dan steriknya dengan membran maupun dinding sel antibakteri, sehingga dapat meningkat aktivitas antibakteri. Beberapa penelitian menyebutkan bahwa nanopartikel ZnO dapat menghancurkan permeabilitas membran bakteri dan dapat menurunkan aktivitas beberapa membran enzim melalui produksi ROS yang menyebabkan bakteri mati [19]. Sedangkan nanopartikel Ag efektif dalam menghambat pertumbuhan bakteri [3].

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis nanokomposit ZnO-Ag dipengaruhi oleh pH dan konsentrasi garam prekursor AgNO_3 .
2. Pembentukan nanokomposit ZnO-Ag terbentuk pada pH basa (pH 9), namun semakin basa kristal yang terbentuk tidak sempurna. Semakin kecil konsentrasi garam prekursor AgNO_3 semakin sempurna kristal ZnO-Ag yang terbentuk.
3. Aktivitas antibakteri nanokomposit ZnO-Ag terhadap *Escherichia coli* dapat menghambat sebesar 16,5 mm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bu Dr. Elvina Dhiaul Iftitah, M.Si, Bu Dr.Eng Masruroh, S.Si., M.Si, Bu Khoirun Nisyak, S.Si., M.Si, serta kedua orang tua saya Bapak Sarpai dan Bu Mujianah yang telah memberi dukungan **financial** terhadap penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ramasamy, M., dan Lee, J. 2016. Recent Nanotechnology Approaches for Prevention and Treatment of Biofilm Associated Infections on Medical Devices, *BioMed Res. Int.*, 2016, 1–17.
- [2] Ghosh, T., Das, Anath Badhu, Jena, B., dan Pradhan, Chinmay. 2015. Anti microbial effect of silver zinc oxide (Ag-ZnO) nanocomposite particles, *Frontiers in Life Science*, 8(1), 47-54.
- [3] Ramachandran, R., dan Sangeetha, V. 2017. Efficacy of silver nanoparticles against biofilm forming multidrug resistant clinical isolates, 11, 36–43.
- [4] H. Feng., Zhang, M. H., dan Yu, L. E. 2012. Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Performance of Metal Ions Doped TiO₂. *Apps. Cat: A General*. 413-414.
- [5] Gupta S. M., dan M. Tripathi. 2012. A Review on the Synthesis of TiO₂ Nanoparticles by Solution Routes. *Cent. Europe J. Chem*, 10(2), 279-294.
- [6] Choi D. Y., J. Y. Park, dan J. W. Lee. 2012. Adsorption and Photocatalysis of Spherical TiO₂ Nanoparticles Using the Microwave Heating Method. *Applied Surf. Sci.*, 257.
- [7] Azizi, S., Mohamad, R., dan Shahri, M.M. 2017. Green Microwave-Assisted Combustion Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles with *Citrullus colocynthis* (L.) Schrad, *Characterization and Biomedical Applications*, (2), 1-13.
- [8] Ravichandran, S., dan Karthikeyan, E. 2011. Microwave Synthesis-A Potential Tool for Green Chemistry, Vol. 3, No.1, 466-470.
- [9] Jahangirian, Hossein., Haron, M.D. Jelas, Ismail, Mohd Halim Shah., M, Roshanak Rafiee, Hejri Leili Afsah, Abdollahi., Yadollah, Rezayi., M., dan Vafaei., N., 2013, Well Diffusion Method for Evaluation of Antibacterial Activity of Copper Phenyl Fatty Hydroxamate Synthesized From Canola and Palm Kernel Oils, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 8 (3), 1263-1270.
- [10] Wulandari, D., 2016. Sintesis dan Karakterisasi ZnO dengan Metode Solvothermal sebagai Alternatif Semikonduktor dalam Dye-Sensitized Solar Cell (DSSC). Universitas Airlangga: Surabaya.
- [11] Conde, M. N., Khalid D., Hafid Z., Karima A., Larbi L., Mohammed Benaissa dan Boujemaâ Jaber. 2011. Preparation of ZnO Nanoparticles without Any Annealing and Ripening Treatment, *Journal of Materials Science and Engineering*, 1, 985– 990.
- [12] Rad., M. S., Kompany, A., Zak, A. K., Javidi, M., dan Mortazavi, S. M. 2013. Microleakage and Antibacterial Properties of ZnO and ZnO:Ag Nanopowders Prepared Via a Sol-Gel Method for Endodontic Sealer Application. *J Nanopart.* No. 15(1925).
- [13] Widiyana, Kasih. 2011. Penumbuhan Nanopartikel Seng Oksida (ZnO) yang Disintesis dengan Metode Sonokimia dan Pemanfaatannya Sebagai Tinta Pengaman. UNS: Semarang.
- [14] Devadiga, Aishwarya, Shetty, K. Vidyadan, dan Saidutta M. B., 2017, Effect of Precursor Salt Solution Concentration on the Size of Silver Nanoparticles Synthesized Using Aqueous Leaf Extracts of *T. catappa* and *T. grandis* Linn f.-A Green Synthesis Route, Department of Chemical Engineering, National Institute of Technology, Karnataka.
- [15] Diantariani., Ni Putu dan Widihati., Ida A. G., 2015, Sintesis Komposit Ag/ZnO dan Penggunaannya Sebagai Fotokatalis untuk Mengurangi Limbah Fenol, Bali: Universitas Udayana.
- [16] Habibi, M. H, Sheibani., R., 2013, Nanostructure Silver-Doped Zinc Oxide Film Coating on Glass Prepared by Sol-Gel and Photochemical Deposition Process: Application for Removal of Mercaptan , *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 19, 161-165.

- [17] G., Tanushree, Das., Ananth Bandhu, Jena., B., dan P., Chinmay. (2015). Antimicrobial Effect of Silver Zinc Oxide (Ag-ZnO) Nanocomposite Particles, *Frontiers in Life Science*, 8(1), 47-54.
- [18] Purnamasari, M. D., 2009, Sintesis Antibakteri Nanopartikel Perak Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Sirih (Piper Betle Linn) dengan Irradiasi Microwave, *Skripsi*, Program Studi Kimia, Universitas Negeri Semarang, Semarang.
- [19] Seil, Justin T dan Webster, Thomas J. 2012. Review Antimicrobial applications of nanotechnology: methods and literature. *International Journal of Nanomedicine*, 7, 2767-2781.