

## ANALISIS GUGUS FUNGSI GADOLINIUM KARBONAT ( $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ ) DENGAN METODE SOLVOTERMAL

Erika Linda Yani Nasution<sup>1,a</sup>, Surya Handayani<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Agroteknologi Fakultas Pertanian, Kampus I Tor Simarsayang Universitas Graha Nusantara, Padangsidempuan

<sup>a</sup>e-mail: erika.lindanst@gmail.com

### ABSTRAK

Partikel pegilasi gadolinium karbonat telah berhasil disintesis dengan metode solvotermal menggunakan prekursor polietilen glikol (PEG-1000) dan gadolinium asetat hidrat ( $Gd(CH_3CO_3)_3$ ) pada suhu  $180^\circ C$  dengan waktu pemanasan selama 5 jam. Partikel pegilasi gadolinium karbonat ( $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ ) tersebut selanjutnya dianalisis gugus fungsinya dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared spectroscopy* (FTIR). Hasil karakterisasi spektrum FTIR terhadap partikel  $Gd_2(CO_3)_3$  sebelumnya menunjukkan fungsionalisasi PEG pada permukaan partikel  $Gd_2(CO_3)_3$  melalui ikatan O-H dan O-C-O yang merupakan grup gugus hidroksil dan karbonil.

**Kata kunci :** Gadolinium karbonat, metode solvotermal, PEG

### PENDAHULUAN

Perkembangan material magnetik pada dekade terakhir ini semakin bervariasi, baik secara ilmiah maupun aplikasi. Saat ini, partikel magnetik (MPs) dengan modifikasi permukaan yang tepat telah banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti pada aplikasi biomedis (Ahmad., 2015), katalis, *magnetic storage*, dan biosensor (Gupta and Gupta, 2005, Ling, Hackett dkk., 2014). Pada bidang biomedis misalnya, partikel paramagnetik dan superparamagnetik dimanfaatkan dalam proses pemisahan sel, agen kontras *Magnetic Resonance Imaging* (MRI), memperbaiki jaringan, terapi pada pasien hipertermia, dan target pemberian obat (Bulte, 2004, Gupta and Gupta, 2005, Derong Zhu 2013, Ahmad., 2015).

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), dan dapat digunakan secara langsung sebagai prekursor untuk sintesis partikel gadolinium

oksida ( $Gd_2O_3$ ) (Park, 2007). Senyawa  $Gd_2O_3$  memiliki sifat paramagnetik terbesar diantara semua logam oksida (Söderlind, 2008) dan sangat potensial sebagai agen kontras karena kemampuannya dalam meningkatkan kontras citra MRI sangat besar dengan pemberian konsentrasi senyawa yang kecil.

Partikel gadolinium karbonat ( $Gd_2(CO_3)_3$ ) sendiri memiliki sifat beracun. Ketika digunakan dalam aplikasi biomedis sehingga harus ditransfer 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.

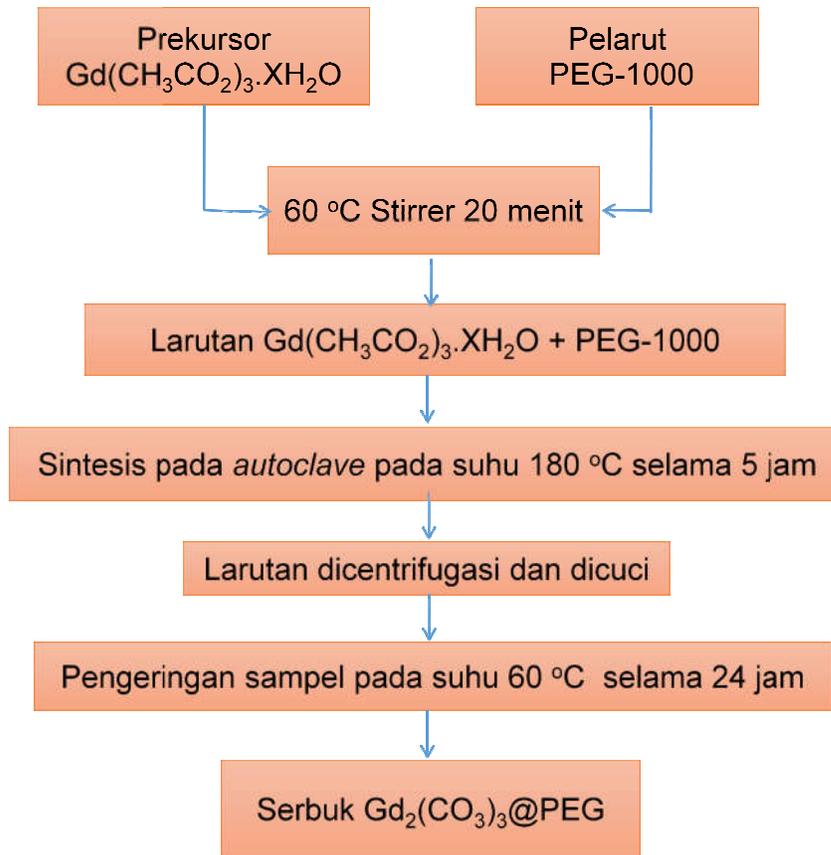
Untuk tujuan fabrikasi partikel dengan lapisan biokompatibel diperhatikan juga pemilihan metode sintesis partikel dan teknik *coating* partikel dengan bahan biokompatibel. Hal tersebut dapat dilakukan baik secara *in-situ* (saat sintesis) dan *post synthesis* (setelah sintesis) perlu dilakukan (Gonalves, Cardoso dkk., 2010, Cao, Zhang dkk., 2012). Proses sintesis dengan metode *coating post synthesis* merupakan proses dengan waktu lama dan *reagent* serta partikel yang dihasilkan setelah *treatment* hanya dapat terlarut pada pelarut tertentu saja (Cao, Zhang dkk., 2012).

Dalam penelitian ini dilakukan metode solvotermal terhadap prekursor gadolinium asetat hidrat ( $Gd(CH_3CO_2)_3 \cdot XH_2O$ ) 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.

## METODOLOGI PENELITIAN

Material dasar yang digunakan dalam pembuatan material  $Gd_2(CO_3)_3@PEG$  adalah gadolinium asetat hidrat ( $Gd(CH_3CO_2)_3 \cdot XH_2O$ , Aldrich), polietilen glikol

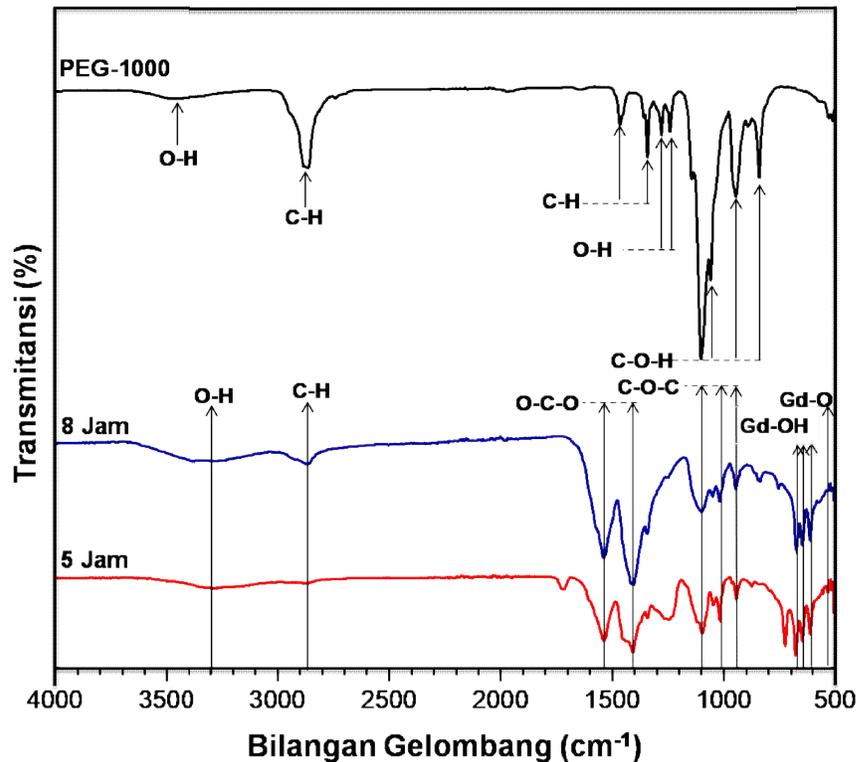
(PEG-1000, MW = 1000, Merck). Pada Gambar 1 menunjukkan skema untuk sintesis  $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ .



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

## HASIL DAN PEMBAHASAN

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.



Gambar 2. Hasil FTIR  $Gd_2(CO_3)_3@PEG$  pada suhu  $180\text{ }^\circ\text{C}$  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  $\nu_{as}\text{-O-H stretching}$  yang terdapat pada bilangan gelombang  $3458\text{ cm}^{-1}$ , gugus simetri  $stretching$  dan  $bending$   $(CH_2CH_2)_n$  pada  $2875$ ,  $1342$ , dan  $947\text{ cm}^{-1}$ , serta gugus  $\nu\text{-C-O-C stretching}$  pada  $1104\text{ cm}^{-1}$  (Cao, Zhang dkk., 2012, G. Devanand Venkatasubbu, 2013, T. S. Atabaev, 2014).

Setelah dilakukan sintesis pada suhu  $180\text{ }^\circ\text{C}$  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  $1536\text{ cm}^{-1}$  dan  $1417\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus  $\nu_{as}\text{-O-C-O}$  dari hasil oksidasi parsial gugus  $\text{-CH}_2\text{-OH}$  dari PEG-1000 pada suhu  $>150\text{ }^\circ\text{C}$  (L. Faucher, 2012, Y. Li, 2013). Akan tetapi, untuk suhu yang paling optimum adalah  $180\text{ }^\circ\text{C}$ . Hal tersebut ditandai banyaknya gugus  $\nu_{as}\text{-O-C-O}$  dan Gd-OH. Sehingga pada penelitian ini dilakukan variasi waktu pemsanan pada suhu  $180\text{ }^\circ\text{C}$ .

## KESIMPULAN

Pada data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa pegilasi gadolinium karbonat ( $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ ) telah berhasil disintesis dengan metode dekomposisi solvotermal. Hasil spektrum FTIR menunjukkan bahwa gadolinium karbonat ( $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ ) telah terbentuk dengan ditandai PEG terikat pada permukaan partikel gadolinium karbonat ( $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ ) sebagai gugus karboksil dan hidroksil. Gadolinium karbonat ini selanjutnya dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang karena sifat magnetiknya yang tentunya lebih besar dari ukuran *bulk*nya. Untuk itu, perlu dilakukan pengukuran lebih lanjut mengenai sifat magnetik partikel gadolinium karbonat ( $Gd_2(CO_3)_3@PEG$ ) tersebut.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti menyampaikan ucapan terimakasih atas bantuan dana penelitian kepada, Universitas Graha Nusantara – Riset Hibah Dosen Tahun 2019.

## REFERENSI

- Ahmad., M. W. (2015). Potensial Dual Imaging Nanoparticle:  $Gd_2O_3$  Nanoparticle. *Sci. Rep*, **5**.
- Bulte, J. W. a. D. L. K. (2004). Iron Oxide MR Contrast Agent for Molecular and Cellular Imaging. *NMR Biomed*, **17**, 15.
- Cao, X., B. Zhang, F. Zhao, dan L. Feng (2012). Synthesis and properties of MPEG-coated superparamagnetic magnetite nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, **2012**.
- Derong Zhu , F. L., Lina Ma , Dianjun Liu and Zhenxin Wang (2013). Nanoparticle-Based Systems for T1-Weighted Magnetic Resonance Imaging Contrast Agents. *International Journal of Molecular Sciences*, **14**, 16.
- 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.
- Gonalves, R. H., C. A. Cardoso, dan E. R. Leite (2010). Synthesis of colloidal magnetite nanocrystals using high molecular weight solvent. *Journal of Materials Chemistry*, **20**, 1167-1172.
- 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 Ultrasmall Gadolinium Oxide Nanoparticles for Cell Labeling and Tracking with MRI. *ACS Appli. Mater. Interfaces*, **4**, 9.
- Ling, D., M. J. Hackett, dan T. Hyeon (2014). Surface ligands in synthesis, modification, assembly and biomedical applications of nanoparticles. *Nano Today*, **9**, 457-477.
- Park, Y., I., dkk., (2007). Effect of Urea Concentration and Reaction Temperature on Morfology of Gadolinium Compounds Prepared by Homogeneous Precipitation. *Material Chemistry and Physics*, **106**, 8.
- Söderlind, F. (2008). Colloidal Synthesis of Metal Oxide Nanocrystals and Thin Films. *Linköping Studies in Science and Technology Dissertation No. 1182*.
- 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(ethylene glycol) in Poly (methyl methacrylate) Networks. *Material Science*, **19**.