

Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Emas Menggunakan Trisodium Sitrat Sebagai Reduktor

Astriana Dewi^{1*}, Suriati Eka Putri¹ dan Pince Salempa¹

¹Program Studi Kimia, Universitas Negeri Makassar, Kampus UNM Parangtambung, Jl. Daeng Tata, Makassar

ABSTRAK

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen yang bertujuan untuk mengetahui karakteristik nanopartikel emas (Au-NPs) hasil sintesis menggunakan trisodium sitrat sebagai reduktor. Larutan H₂AuCl₄ 0,4 mM disintesis menggunakan Na₃C₆H₅O₇ untuk mengubah Au³⁺ menjadi Au⁰ dengan beberapa variasi konsentrasi reduktor yakni, 3,5%; 5%; 6,5% dan 8 %. Penentuan waktu reaksi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan variasi waktu 1, 5, 15, 30 dan 45 menit. Karakterisasi ukuran dan kisi kristal Au-NPs menggunakan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan karakterisasi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hasil karakterisasi, dihasilkan Au-NPs berwarna coklat kehitaman, dan rendemen yakni 66,13%, 89%, 59,63% dan 50,30% berturut-turut untuk konsentrasi reduktor trisodium sitrat 3,5%; 5%; 6,5% dan 8%, dengan rata-rata ukuran Au-NPs adalah 46,97; 19,06; 50,03 dan 39,68 nm, kisi Kristal *Face Centered Cubic* (FCC) dan memiliki morfologi yang tidak homogen.

Kata kunci: Au-Nps; Na₃C₆H₅O₇; konsentrasi reduktor; reduksi kimia

ABSTRACT

This research is an experimental study that aims to determine the characteristics of gold nanoparticles (Au-NPs) synthesized using trisodium citrate as a reducing agent. 0.4 mM H₂AuCl₄ solution was synthesized using Na₃C₆H₅O₇ to convert Au³⁺ to Au⁰ with several variations of the reducing agent concentration, 3.5%; 5%; 6.5% and 8%. Determination of reaction time was measured using a UV-Vis spectrophotometer with time variations of 1, 5, 15, 30 and 45 minutes. Characterization of the size and lattice of Au-NPs crystals using X-Ray Diffraction (XRD) and morphological characterization using Scanning Electron Microscopy (SEM). The results of the characterization, Au-NPs were produced blackish brown in color, and yields were 66.13%, 89%, 59.63% and 50.30% respectively for trisodium citrate reductant concentrations of 3.5%; 5%; 6.5% and 8%, with an average Au-NPs size of 46.97; 19.06; 50.03 and 39.68 nm, Face Centered Cubic (FCC) Crystal lattice and have a homogeneous morphology.

Keywords: Au-Nps; Na₃C₆H₅O₇; reducer concentration; chemical reduction

Received: 05-03-2020, Accepted: 27-06-2020, Online: 08-07-2020

PENDAHULUAN

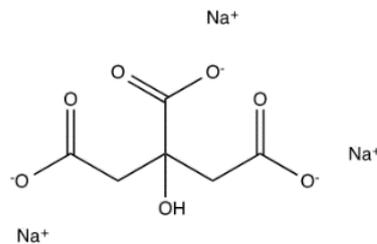
Nanoteknologi merupakan inovasi teknologi yang menarik dari penelitian yang berkaitan dengan bidang produksi, ukuran, dan bentuk. Nanoteknologi merupakan kajian ilmu dan rekayasa material dalam skala nanometer yang sedang dikembangkan oleh para ilmuwan di seluruh dunia (Amiruddin & Taufikurohmah, 2013).

Salah satu bagian nanoteknologi yang menarik banyak perhatian adalah nanopartikel karena sudah diaplikasikan dalam berbagai bidang pengetahuan. Nanopartikel adalah partikel yang ukuran diameternya antara 1-100 nm (Kavitha et al, 2013). Nanopartikel yang berasal dari logam mulia seperti emas dan perak lebih banyak dikembangkan karena bersifat *inert* dan relatif aman (Pimpang dan Choopun, 2011). Nanopartikel emas (Au-NPs) banyak dimanfaatkan untuk produk kecantikan, kesehatan, lingkungan dan lain-lain (Taufikkurohmah dkk, 2012).

*Corresponding author:
akmal2941@gmail.com

Beberapa teknik yang dapat digunakan dalam sintesis nanopartikel adalah metode reduksi kimia, fotokimia, sonokimia, dan lain-lain. Diantara banyak metode yang dapat dilakukan, metode reduksi kimia dipilih sebagai metode yang paling efektif untuk menghasilkan nanopartikel. Hal ini dikarenakan mudah, cepat, murah serta tidak perlu menggunakan suhu tinggi. Au-NPs dibuat melalui proses reduksi larutan prekursor HAuCl_4 menggunakan pereduksi berupa asam organik, polisakarida, aldehyd alkohol dan pereduksi kuat seperti NH_2NH_2 dan NaBH_4 . Selain prekursor dan pereduksi diperlukan juga stabilisator dalam proses sintesis, hal ini bertujuan agar Au-NPs yang terbentuk tidak terjadi aglomerisasi sehingga menjadi partikel yang berukuran nano (Jung et al, 2010).

Pada penelitian ini dilakukan pembuatan Au-NPs menggunakan trisodium sitrat sebagai reduktor dengan berbagai konsentrasi.



Gambar 1. Struktur Trisodium sitrat

Trisodium sitrat memiliki rumus molekul $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan berat molekul 294,10. Trisodium sitrat memiliki pH 7-9 (5% b/v air) Trisodium sitrat larut 1 bagian 1,5 bagian air, 1 bagian dalam 0,6 air mendidih dan praktis tidak larut dalam etanol (95%) (Rowe et al, 2006). Trisodium sitrat merupakan suatu agen sambung silang anion dengan mekanisme interaksi elektrostatis antara kitosan dengan trisodium sitrat (Shu dan Zhu, 2001). Trisodium sitrat memiliki tiga nilai pKa yaitu 3,14; 4,77 dan 6,39 (Dooress s, 2005). Muatan negatif pada molekul trisodium sitrat meningkat dengan peningkatan pH akibat deprotonasi dari gugus asam karboksilat

Kelebihan penggunaan trisodium sitrat dalam proses sintesis adalah dihasilkan nanopartikel yang memiliki distribusi partikel berukuran kecil dengan kisaran 16 hingga 150 nm (Balasubramanian et al, 2010). Muatan negatif dari ion sitrat akan diadsorpsi oleh permukaan Au-NPs sehingga antar Au-NPs akan saling bertolakan karena adanya muatan negatif di sekeliling permukaannya. Hal ini dapat mencegah agregasi dari Au-NPs.

Sintesis Au-NPs dengan metode reduksi kimia telah dilakukan oleh Salasa (2016) menggunakan NaBH_4 yang menghasilkan ukuran Au-NPs 22,554 nm dan Rohiman, dkk (2014) yang menghasilkan ukuran Au-NPs dengan rentang diameter $\pm 13-40$ nm.

Keuntungan digunakan dari metode reduksi dibandingkan dengan metode lainnya menurut Chou dan Lu (2008) adalah:

- 1) Mudah dilakukan
- 2) Biaya murah
- 3) Peralatan yang digunakan sederhana
- 4) Cocok digunakan untuk skala kecil

Berdasarkan beberapa hal di atas, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik nanopartikel emas yang disintesis menggunakan trisodium sitrat sebagai reduktor

METODE PENELITIAN

Pembuatan Larutan HAuCl_4 0,4 mM

Larutan HAuCl_4 0,4 mM dibuat dari larutan stok yaitu larutan HAuCl_4 0,5 mM. Larutan stok dibuat dengan menimbang emas sebanyak 0,0493 g yang dilarutkan dalam akuaregia dengan pemanasan ± 90 °C. Kemudian larutan diencerkan dengan akuabides dalam labu ukur 500 mL, dan

dihomogenkan. Larutan stok dipipet sebanyak 80 mL ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan, sehingga didapatkan larutan HAuCl_4 0,4 mM.

Pembuatan Trisodium Sitrat Sebagai Reduktor

Trisodium sitrat dibuat dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu 3,5%; 5%; 6,5% dan 8% b/v dalam labu takar 100 mL.

Sintesis Au-Nps

Larutan HAuCl_4 0,4 mM dipanaskan hingga suhu 100 °C kemudian ditambahkan sebanyak 1 mL reduktor sambil terus dipanaskan selama 45 menit. Lalu, didinginkan pada suhu kamar (30 °C) dengan waktu pendiaman 1 menit, 5 menit, 15 menit, 30 menit, 45 menit.

Karakterisasi Nanopartikel Emas

Larutan sampel yang diperoleh kemudian disentrifugasi pada kecepatan 8900 rpm selama 45 menit, endapan yang dihasilkan lalu dicuci dengan aquabides lalu disentrifugasi kembali, proses ini dilakukan sebanyak 3 kali. Endapan yang diperoleh kemudian dikeringkan di oven pada suhu 80 °C. Serbuk yang diperoleh kemudian dianalisis dengan menggunakan instrumen XRD dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Reduktor Trisodium Sitrat

Pada penelitian ini menggunakan trisodium sitrat yang berfungsi sebagai reduktor sekaligus sebagai stabilisator karena sifatnya sebagai larutan penyangga, dimana trisodium sitrat adalah garam yang berasal dari asam lemah (asam sitrat) dan basa kuat (NaOH) seperti pada persamaan reaksi berikut: $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7(\text{s}) + 3\text{H}_2\text{O}(\text{aq}) \rightarrow \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7(\text{aq}) + 3\text{NaOH}(\text{aq})$ (Setiawan dkk, 2014).



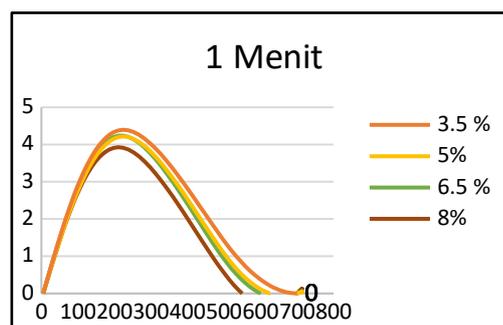
Gambar 2. Larutan trisodium sitrat 3,5%; 5%; 6,5% dan 8%.

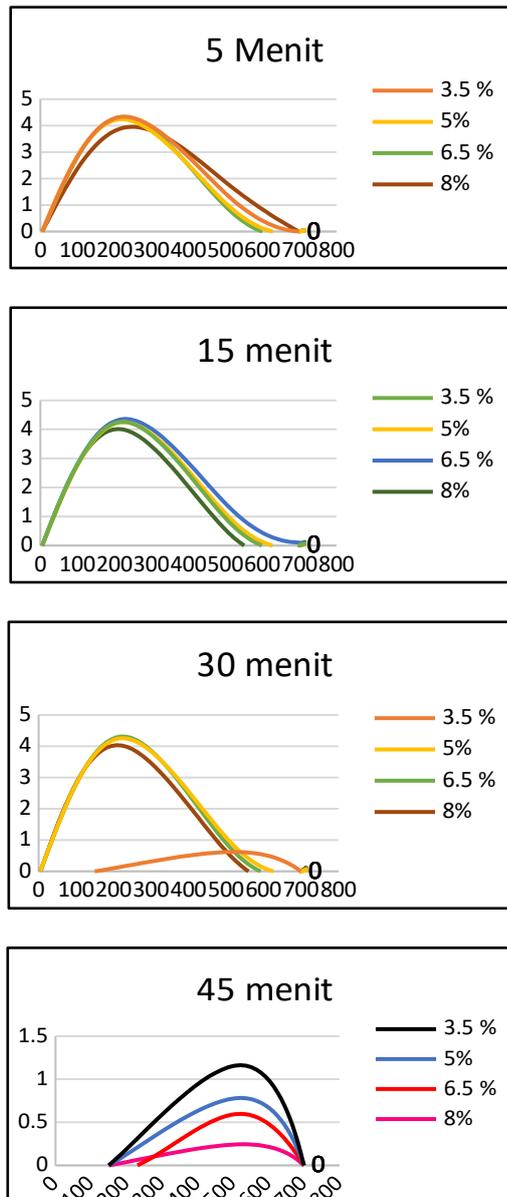
Sintesis Nanopartikel Emas

Perubahan warna yang terjadi menunjukkan adanya reaksi reduksi pada campuran tersebut. Seiring bertambahnya waktu, warna larutan semakin pekat. Hal ini, diakibatkan terjadinya reaksi reduksi antara trisodium sitrat dengan prekursor HAuCl_4 yakni dari Au^{3+} menjadi Au^0 .

Analisis Nanopartikel Emas dengan UV-Vis

Adapun indikasi terbentuknya Au-NPs diketahui dengan terbentuknya suatu puncak absorbansi pada kisaran panjang gelombang 500-600 nm (Solomon et al, 2007).





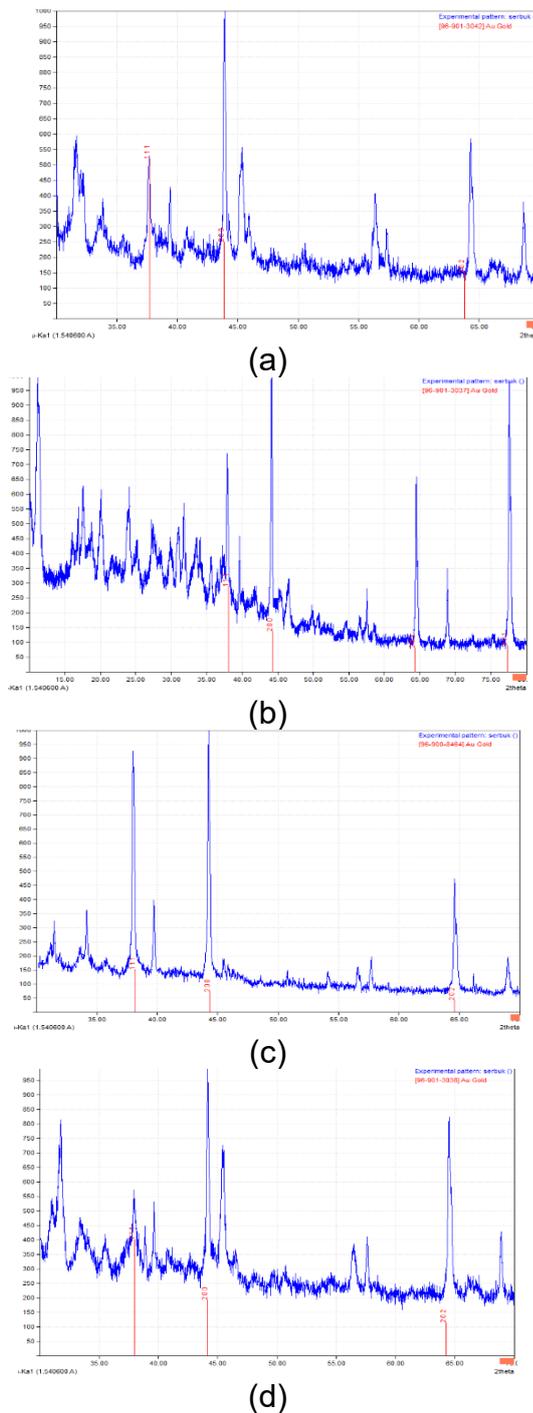
Gambar 3. Grafik hubungan antara $[\lambda]$ maks dan absorbansi berdasarkan variasi waktu dan konsentrasi

Gambar 3. menunjukkan semakin tinggi konsentrasi reduktor, maka absorbansi yang dihasilkan semakin kecil. Berkurangnya absorbansi menunjukkan bahwa nanopartikel emas hasil reduksi semakin sedikit, hal tersebut menyebabkan tumbukan antar partikel lebih jarang terjadi. Trisodium sitrat dapat digunakan sebagai reduktor sintesis Au-NPs dan berguna sebagai stabilisator. Berdasarkan data hasil analisis Au-NPs, terlihat bahwa pergeseran absorbansi koloid Au-NPs tidak terlalu signifikan.

Karakterisasi Nanopartikel Perak
Analisis Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Ukuran nanopartikel dapat ditentukan menggunakan persamaan Debye Scherrer, untuk masing-masing konsentrasi reduktor yang digunakan dalam sintesis telah memenuhi ukuran nanopartikel yaitu 1-100 nm. Berdasarkan data tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi reduktor 5% merupakan konsentrasi reduktor dan stabilisator terbaik dalam sintesis Au-NPs karena

menghasilkan ukuran Au-NPs paling kecil. Hal ini disebabkan trisodium sitrat 5% selain sebagai reduktor berfungsi juga sebagai stabilisator. Dimana, stabilisator dapat mengontrol ukuran Au-Nps.



Gambar 4. a) Pola XRD Au-NPs trisodium sitrat 3,5 % b) Au-NPs trisodium sitrat 5 % c) Au-NPs trisodium sitrat 6,5 % d) Au-NPs trisodium sitrat 8 %

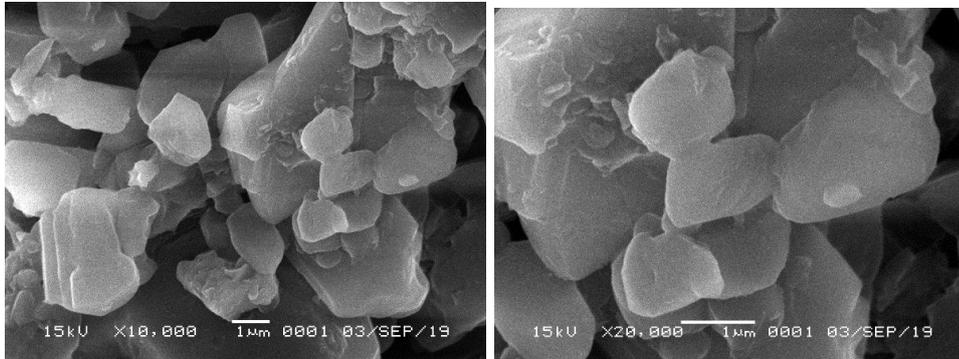
Selain mengetahui rata-rata ukuran, data hasil analisis XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui kisi kristal melalui nilai bidang refleksi (hkl) yang disebut indeks Miller. Nilai hkl dari hasil analisis XRD disesuaikan dengan Tabel Penentuan Struktur Kristal Berdasarkan Nilai hkl

(Ismul et al, 2011). maka dapat disimpulkan bahwa Au-NPs yang dihasilkan pada penelitian ini mempunyai struktur Face Centered Cubic (FCC).

Analisis Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Au-NPs $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan instrumen SEM. Analisis Au-NPs dengan instrumen SEM dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui morfologi serta kecenderungan nanopartikel untuk beragregasi.

Sampel yang dikarakterisasi akan dilihat bentuk permukaannya pada gambar 5.



Gambar 5. Hasil Analisis SEM

Hasil pengamatan SEM memperlihatkan bahwa morfologi Au-NPs cenderung menggumpal, yang menandakan terjadinya agregasi pada Au-NPs yang diperoleh, serta memiliki bentuk yang tidak homogen.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa Au-NPs dapat disintesis dengan menggunakan trisodium sitrat sebagai reduktor. Hasil karakterisasi menghasilkan Au-NPs berwarna coklat kehitaman, rata-rata ukuran Au-NPs adalah 46,97; 19,06; 50,03 dan 39,68 nm berturut-turut untuk konsentrasi reduktor trisodium sitrat 3,5%; 5%; 6,5% dan 8%, kisi kristal *Face Centered Cubic* (FCC) dan memiliki morfologi yang cenderung menggumpal dan memiliki bentuk yang tidak homogen.

DAFTAR RUJUKAN

- Amiruddin, M. A., dan Taufikurohmah T., (2013). Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Emas Menggunakan Matriks Bentonit sebagai Material Antiaging dalam Kosmetik, *UNESA J. Chem*, **2** (1).
- Balasubramanian, Suresh K., Liming Yang., Lin-Yue L., Yung., Choon-Nam Ong., Wei-Yi Ong., Liya E Yu. (2010). Characterization, Purification, And Stability Of Gold Nanoparticles, *Biomaterials* 31-9023e9030
- Chou, K.S and Lu Yu C. (2008). High-Concentration Nanoscale Silver Colloidal Solution and Preparing Process Thereof, *Patent Application Publication*, US.2008/0064767 A1.
- Doores, S. (2005) Organic Acids. In: Davidson, P.M., Sofos, J.N., Branen, A.L. (Eds.), *Antimicrobials In Food*. Crc Press, Boca Raton, Fl, Pp. 91e142 (Taylor & Francis Group)
- Ismul AH, Sumariah, Dahlan M dan Mohtar. (2011). Penentuan Struktur Kristal Al Mg Alloy Dengan Difraksi Neutron. *J Fisika* 14: 41-48.

- Jung S H., Kim K I., Ryu J H., Choi S H and Kim J B. (2010) Preparation Of Radioactive Core-Shell Type $^{198}\text{AuSiO}$ Nanoparticles As A Radiotracer For Industrial Process Applications. *Applied Radiation and Isotopes* 68: 1025–1029.
- Pimpang P and Choopun S. (2011). Monodispersity and Stability of Gold nanoparticles Stabilized by Using Polyvinyl Alcohol. *Chiang Mai J. Sci.* 38(1).
- Rohiman, Asep., Buchari., M.Bachri Amran., Endang Juliastuti dan Irman Idris. (2014). Sintesis, Karakterisasi, dan Aplikasi *Gold Nanoparticles* (AuNPs) pada Penumbuhan *Silicon Nanowires* (SiNWs). *Research and Development on Nanotechnology in Indonesia*, Vol.1, No.2.
- Rowe, R. C., Sheskey, P.J., and Quinn. M. E. (2009). *Handbook of Pharmaceutical Excipients Ed 6*. London: *Pharmaceutical Press*.
- Setiawan, Herlan., Anung Pujiyanto, Hotman Lubis, Rien Ritawidya, Mujinah, Dede Kurniasih, Witarti, Hambali dan Abdul Mutalib. (2014). Sintesis Nanopartikel Emas Menggunakan Reduktor Trisodium Sitrat. *Prosiding Pertemuan Ilmiah, Radiofarmaka, Siklotrom Dan Kedokteran Nuklir*. ISSN: 2087-9652.
- Shu, X. Z and Zhu, K. J. (2001). Novel pH-Sensitive Citrate Cross Linked Chitosan Film. For Drug Controlled Release. *Int.J. Pharm.* 212.
- Solomon, S.D., Bahadory, M., Jeyarajasingam, A.V, Rutkowsky, S.A and Boritz, C., 2007, Synthesis and Study of Silver Nanoparticles, *J. Chem. Edu.* 84 (2).
- Taufikurohmah, Titik, I.G.M Sanjaya, Afaf Baktir dan A. Syahrani. (2012). Activity Test of Nanogold for Reduction of Free Radicals, a Pre-Assessment Utilization Nanogold in Pharmaceutical as Medicines and Cosmetics, *Journal of Materials Science and Engineering*. Vol. B 2 No.12.