

Pengaruh Surfaktan Biner Cetil Trimetil Amonium Bromida (CTAB)- Hexametilen Triamin (HMT) pada Pembentukan Perak *Nanorods* menggunakan Katalis Natrium Hidroksida

Atiek Rostika Noviyanti¹, Iwan Hastiawan¹, Akrajas Ali Umar², Diana Rakhmawaty¹
Eddy, Gani Abdilah¹

¹Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik, Departemen Kimia Fakultas Matematika dan
Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran

Jl. Raya Bandung-Sumedang Km. 21 Jatinangor, Sumedang Indonesia, 463532

²Makmal Organic Printed Electronic Laboratory (OPEL), Institute of Microengineering
and Nanoelectronic (IMEN), Universitas Kebangsaan Malaysia (UKM), Bangi, Selangor
43600, Malaysia

Email: atiek.noviyanti@unpad.ac.id

Abstract: *Nanoparticles have different physical properties and more interesting than that of bulk material. Nanoparticles are highly preferred for applications in various technologies as a catalyst, the raw material of electronic components, and as an antimicrobial agent. The aim of the research is synthesise of silver nanorods. The effect of a binary surfactant CTAB-HMT on the morphology and homogeneity were investigated using UV/Vis spectrophotometer, TEM, and XRD. Base on the UV/Vis spectra and TEM morphology, silver nanoparticles have two types, spherical and rods shapes. The best product of nanorods was obtained at the composition of CTAB 0.15 M : HMT 0.15 M. The structure of nanorods obtained were face center cubic (fcc).*

Keywords: CTAB, FCC, HMT, silver nanorods

1. PENDAHULUAN

Penelitian material nano terus dilakukan baik oleh para peneliti maupun pengguna di kalangan dunia industri, salah satunya adalah metode sintesisnya. Sintesis partikel nano merupakan suatu proses pembuatan partikel dengan ukuran kurang dari 100 nm sehingga mengubah sifat atau fungsinya (Brioude *et al.*, 2005).

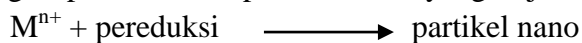
Material partikel nano memiliki sifat fisik yang berbeda dibandingkan dengan material ruahnya. Hal ini pula yang menjadikan partikel nano sangat disukai untuk diaplikasikan pada berbagai bidang teknologi (Gong *et al.*, 2007). Dua faktor utama yang menyebabkan partikel nano memiliki beberapa kelebihan diantaranya karena efek permukaan dan efek kuantum. Faktor-faktor ini mempengaruhi reaktivitas kimia dari suatu material serta sifat mekanik, optik, listrik serta magnetic juga bisa efektif membunuh bakteri (Burrell *et al.*, 1999), bisa mendeteksi biomolekuler pada *chip sensor* (Moores & Goettmann, 2006), antibiotik (Percival *et al.*, 2001),

serta memiliki konduktivitas dan efek katalitik yang baik, (J.M. Köhler *et al.*, 2008). Salah satu partikel nano yang banyak digunakan adalah perak.

Partikel nano perak yang telah dimodifikasi digunakan dalam berbagai bidang seperti untuk bahan tekstil, semikonduktor serta untuk bahan baku pembuatan komposit nano (P.D. Cozzoli *et al.*, 2004). Dalam bidang kesehatan partikel nano perak digunakan sebagai pelapis alat medis dan bahan yang digunakan dalam bidang bedah, anesthesiologi, kardiologi, urologi (Wijnhoven *et al.*, 2009) dan untuk pencitraan sel kanker serta pengobatan sel (Elechiguerra *et al.*, 2005).

Tantangan terbesar untuk produksi partikel nano perak pada saat ini adalah metode produksi dalam skala besar, dengan waktu relatif singkat dan biaya yang murah. Metode yang dikembangkan adalah sintesis menggunakan air sebagai medianya yang lebih dikenal dengan metode mediasi pembenihan (*seed mediated growth*). Metode ini dipilih sebagai metode sintesis pada penelitian ini karena selain dapat mengontrol bentuk, ukuran dan morfologi partikelnya, juga memungkinkan membuat partikel dalam jumlah besar (Abdulah dkk, 2008).

Sintesis partikel nano perak dengan metode mediasi pembenihan pada umumnya menggunakan surfaktan atau polimer yang membentuk susunan teratur (*self-assembly*) pada permukaan partikel nano perak. Bagian surfaktan atau polimer yang hidrofob langsung teradsorpsi pada permukaan partikel nano dan bagian hidrofilnya berada pada *bulk* larutan. Bahan organik tersebut (surfaktan dan polimer) dapat mengontrol kecepatan reduksi dan agregasi partikel nano perak. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Faktor yang mempengaruhi sintesis partikel nano antara lain konsentrasi reaktan, molekul pelapis (*capping reagent*), suhu, dan pengadukan.

Untuk menyintesis partikel nano perak dengan ukuran dan bentuk yang diinginkan dilakukan deaktivasi permukaan partikel koloid yang telah dibuat. Jika tidak dideaktivasi maka ukuran partikel koloid bisa akan terus bertambah selama masih ada atom prekursor di dalam larutan. Salah satu cara deaktivasi yang banyak dilakukan adalah dengan menggunakan zat aktif permukaan atau dikenal dengan surfaktan (*surface active agent*). Bentuk partikel nano perak yang disintesis pada penelitian ini berbentuk batang (*silver nanorods*). Spektrum ultra violet partikel nano perak batang pada umumnya ditandai dengan munculnya *transversal surface plasmon resonance* (TSPR) dan *longitudinal surface plasmon resonance* (LSPR). Sementara pada partikel nano perak yang berbentuk bola, yang muncul hanya puncak TSPR. Adanya LSPR ini membuat perak nanorods dapat digunakan untuk pengobatan penyakit kanker (Brioude *et al.*, 2005).

Berdasarkan latar belakang di atas, penelitian bertujuan memperoleh partikel nano perak bentuk batang dengan cara mudah dengan hasil yang melimpah. Mengontrol pembentukan partikel nano perak bentuk batang selama proses sintesis berlangsung merupakan langkah penting untuk menghasilkan produk sesuai. Selain itu pemilihan surfaktan sangat menentukan bentuk perak nano yang dihasilkan.

Pada penelitian ini dipilih surfaktan biner setil trimetilammonium bromide (CTAB) – heksametilentetraamin (HMT) dengan katalis natrium hidroksida dalam medium pelarut air. Pengaruh konsentrasi surfaktan CTAB-HMT terhadap penumbuhan perak *nanorods*.

2. METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan diantaranya, pembuatan larutan induk, pembuatan larutan penumbuh dan sintesis perak *nanorods* dengan variasi konsentrasi NaOH, variasi surfaktan dan karakterisasi produk.

Larutan induk (*seed*) disiapkan dari larutan AgNO_3 0,01 M sebanyak 0,5 mL dan NaBH_4 0,01 M sebanyak 0,5 mL yang campurannya kemudian dimasukan ke dalam botol dan diaduk sampai homogen. Ke dalam campuran ditambahkan 20 mL air deionisasi dan 0,5 mL natrium borohidrida 0,1 M kemudian dikocok lagi sampai homogen. Campuran didiamkan selama 60 menit dan siap untuk ditumbuhkan.

Sementara itu larutan penumbuh (*growing*) dibuat dengan mencampurkan 10 mL larutan CTAB 0,1 M dengan 10 mL larutan HMT 0,1 M kemudian diaduk sampai homogen. Secara bertahap ke dalam larutan tersebut ditambahkan 0,5 mL perak nitrat 0,01 M, 0,2 mL larutan asam askorbat 0,1 M dan 0,5 mL larutan natrium hidroksida 0,1 M sambil diaduk sampai homogen. Setelah larutan penumbuh siap dipreparasi, sebanyak 0,5 mL larutan induk ditambahkan ke dalamnya sambil diaduk sampai campuran homogen.

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi katalis NaOH pengaruh surfaktan (HTM dan CTAB) maka dibuat beberapa variasi kondisi sintesis seperti ditunjukkan dalam Tabel 1.

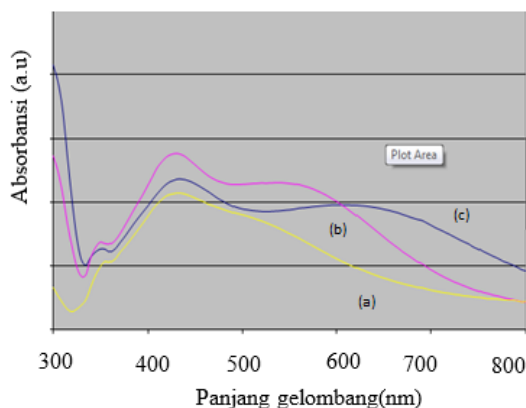
Tabel 1. Beberapa variasi kondisi sintesis perak nanorods untuk mengetahui pengaruh katalis NaOH dan pengaruh surfaktan HMT dan CTAB terhadap struktur dan morfologinya.

	Larutan induk ($\text{AgNO}_3 + \text{NaBH}_4$)	Lautan Penumbuh		
		NaOH 0,1 M (mL)	HMT 10 mL (M)	CTAB 10 mL (M)
Sampel 1	0,5 mL	0,5	0,1	0,1
Sampel 2	0,5 mL	1	0,1	0,1
Sampel 3	0,5 mL	2	0,1	0,1
Sampel 4	0,5 mL	0,5	0,05	0,05
Sampel 5	0,5 mL	0,5	0,1	0,1
Sampel 6	0,5 mL	0,5	0,15	0,15
Sampel 7	0,5 mL	0,5	0,2	0,2

Setelah terjadi perubahan warna campuran larutan, serapan sampel diukur dengan menggunakan larutan campuran siap dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer UV (UV-vis Elmer lambda 900 Perkin) Pengukuran serapan larutan dengan spektrofotometer Uv-vis dilakukan untuk memastikan terbentuknya partikel perak *nanorods*. Kondisi optimum pertumbuhan perak *nanorods* diamati dengan mencari serapan maksimum pada interval panjang gelombang 300 - 900 nm. Sampel yang masih segar dimasukan ke dalam tabung sentrifuge (*EBA 21 Hettich Zentrifuge*), kemudian diputar dengan kecepatan 6000 rpm selama 15 menit. Endapan dan cairan yang terbentuk dipisahkan. Endapan yang terbentuk ditambahkan etanol sebanyak 10 mL kemudian dikocok kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan TEM. Padatan perak *nanorods* yang sudah dikeringkan terlebih dahulu dikarakterisasi topografi dan morfologi dan strukturnya masing-masing dengan TEM (*Transmission Electron Microscope Philips XL-30*) dan XRD.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

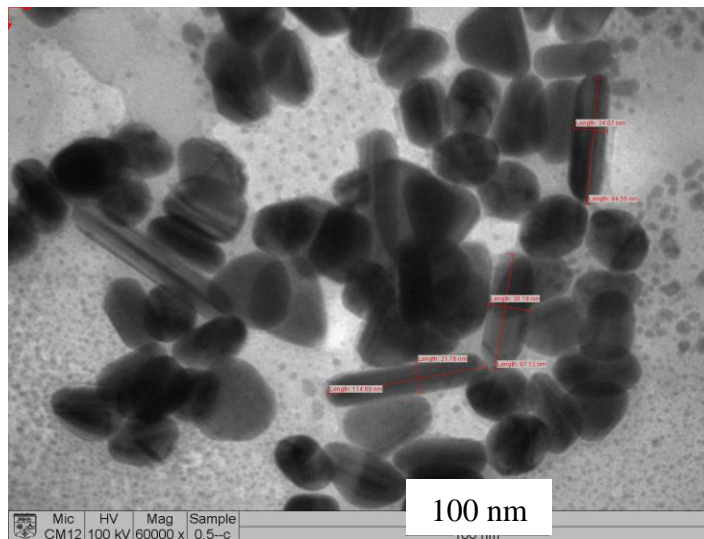
Pengaruh penambahan katalis natrium hidroksida 0,1 M dengan variasi volume (0,5 mL; 1 mL; dan 2 mL) terhadap perak *nanorods* diamati dengan spektrofotometer UV-vis pada panjang gelombang 300 - 900 nm ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Spektra UV perak *nanorods* dengan variasi volume natrium hidroksida (a) 2 mL, (b) 0,5 mL, dan (c) 1 mL.

Pada kurva (a) kuning, (b) ungu, dan (c) biru, dan terlihat dua puncak yang menunjukkan pita plasmonik perak pada panjang gelombang 431 nm (2 mL), 433 nm (1 mL), dan 432 nm (0,5 mL). Pita plasmonik longitudinal *nanorods* perak muncul pada panjang gelombang 580 nm (0,5 mL), 630 nm (1 mL), sedangkan untuk variasi penambahan natrium hidroksida 2 mL, puncak longitudinalnya lemah, hal ini menandakan *nanorods* perak yang terbentuk sangat sedikit, atau bentuknya cenderung berbentuk bola. Dugaan tersebut diperkuat dengan hasil TEM pada

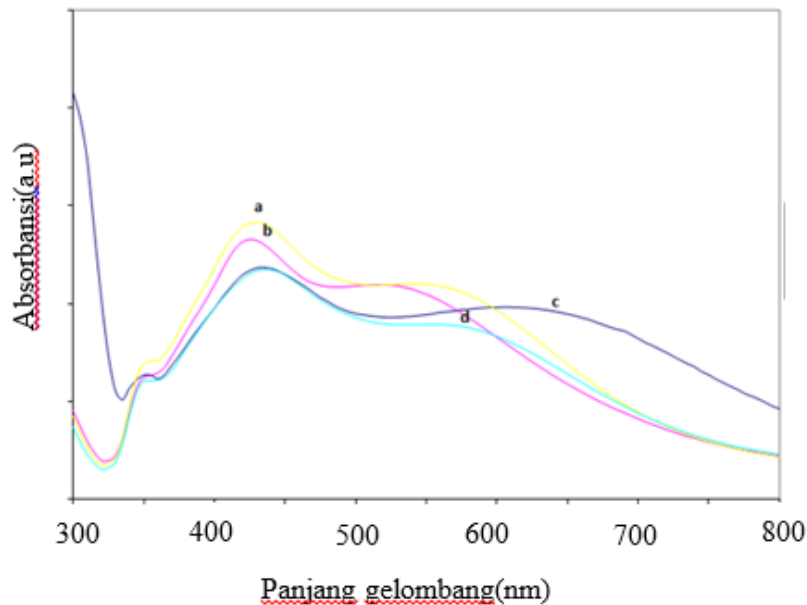
Gambar 2, partikel perak berbentuk bola lebih banyak dibandingkan bentuk batang (*rods*). Sementara diameter *nanorods* perak berkisar antara 21 nm – 30 nm dan panjang berkisar antara 87 nm – 112 nm.



Gambar 2 Mikrograf TEM perak *nanorods* dengan penambahan natrium hidroksida 0,5 mL memiliki diameter antara 21 nm – 30 nm dan panjang antara 87 nm – 112 nm.

Berdasarkan hasil tersebut untuk proses penumbuhan perak *nanorods* selanjutnya digunakan penambahan natrium hidroksida sebanyak 0,5 mL. Sementara diameter *nanorods* perak berkisar antara 21 nm – 30 nm dan panjang berkisar antara 87 nm – 112 nm.

Pengaruh surfaktan variasi konsentrasi CTAB dan HMT terhadap pembentukan *nanorods* perak dikontrol dengan spektra UV, ditunjukkan pada Gambar 3.

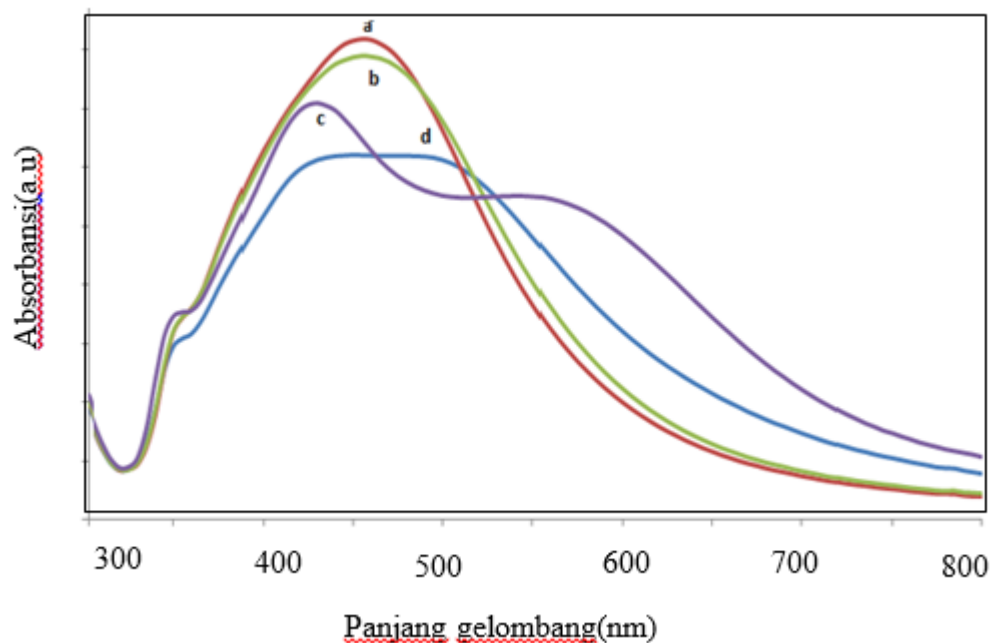


Gambar 3 Spektrum Uv-Vis larutan perak *nanorods* dengan penambahan 10 mL HMT dan 10 mL CTAB masing-masing konsentrasi (a) 0,15 M (b) 0,05M (c) 0,1 M dan (d) 0,2 M.

Pada kurva a sampai dengan d terlihat dua puncak yang menunjukkan pita plasmonik perak pada (a) 431 nm, (b) 425 nm, (c) 435 nm, dan (d) 436. Puncak ini merupakan pita plasmonik transversal yang lazim untuk partikel perak yang berbentuk bola. Pita plasmonik yang terpisah pada area panjang gelombang yang panjang diakibatkan oleh pita plasmonik longitudinal dari partikel yang berbentuk *rods*. Pita plasmonik longitudinal muncul pada panjang gelombang (a) 570 nm, (b) 530 nm, (c) 650 nm, dan (d) 580 nm.

Nanorods perak yang ditumbuhkan pada larutan penumbuh dengan konsentrasi surfaktan CTAB:HMT 0,15 M : 0,15 M memiliki nilai serapan yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan perbandingan surfaktan CTAB:HMT lainnya. Hal ini dapat diprediksikan bahwa jumlah *nanorods* pada sampel dengan perbandingan konsentrasi CTAB:HMT 0,15 M : 0,15 M lebih banyak bila dibandingkan dengan sampel pada perbandingan konsentrasi lainnya. Berdasarkan hasil ini untuk proses penumbuhan *nanorods* selanjutnya digunakan konsentrasi surfaktan CTAB dan HMT sebesar 0,15 M.

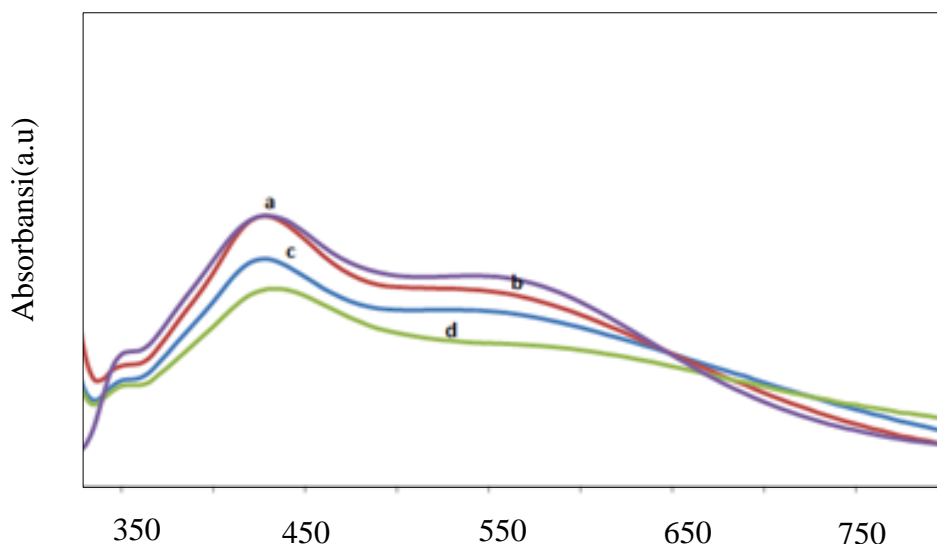
Pengaruh konsentrasi surfaktan HMT (0,05 M; 0,1 M; 0,15 M; dan 0,2 M) terhadap pembentukan perak *nanorods* ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4 Spektrum Uv -vis i larutan perak *nanorods* dengan penambahan 10 mL CTAB 0,15 M dengan penambahan HMT dengan konsentrasi (a) 0,1 M (b) 0,2 M (c) 0,15 M dan (d) 0,05 M.

Pada kurva a, b, dan d (variasi konsentrasi HMT 0,1 M; 0,2 M; dan 0,15 M) hanya terlihat satu puncak yang menunjukkan pita plasmonik perak. Satu puncak terlihat pada (a) 450 nm, (b) 452 nm, dan (d) 470 nm yang merupakan pita plasmonik transversal yang lazim untuk partikel perak yang berbentuk bola. Karena pita yang muncul hanya memiliki satu puncak saja, maka kurva a, b, dan d tidak mengandung perak *nanorods*. Pita plasmonik longitudinal perak *nanorods* muncul pada panjang gelombang 570 nm, hanya kurva (d) saja yang memiliki dua puncak, ini berarti bahwa perak *nanorods* yang terbentuk hanya pada variasi konsentrasi HMT 0,15 M saja, sehingga untuk proses penumbuhan *nanorods* perak selanjutnya digunakan HMT 0,15 M.

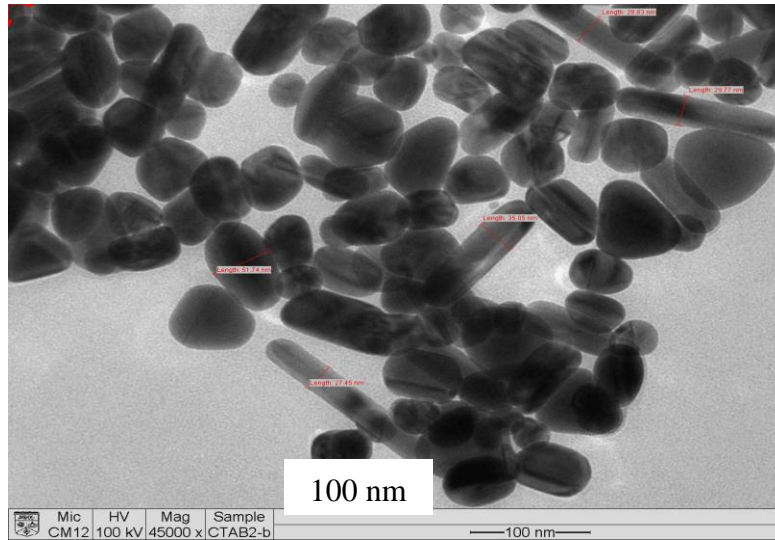
Pengaruh konsentrasi larutan CTAB (0,05 M; 0,1 M; 0,15 M; dan 0,2 M) terhadap pembentukan *nanorods* perak ditunjukkan pada spectra Uv pada Gambar 4.



Gambar 5 Spektrum Uv tampak dari larutan perak *nanorods* dengan penambahan 10 mL HMT 0,15 M dengan penambahan CTAB dengan konsentrasi (a) 0,15 M (b) 0,1 M (c) 0,05 M dan (d) 0,2 M.

Pada kurva a sampai dengan d terlihat dua puncak yang menunjukkan pita plasmonik perak. Puncak pita plasmonik transversal terlihat pada (a) 440 nm, (b) 442 nm, (c) 435 nm dan (d) 436 nm, puncak ini mengindikasikan partikel perak yang berbentuk bola. Pita plasmonik longitudinal muncul pada panjang gelombang (a) 580 nm (b) 570 nm, (c) 570, dan (d) 600 yang mengindikasikan terbentuknya partikel perak batang.

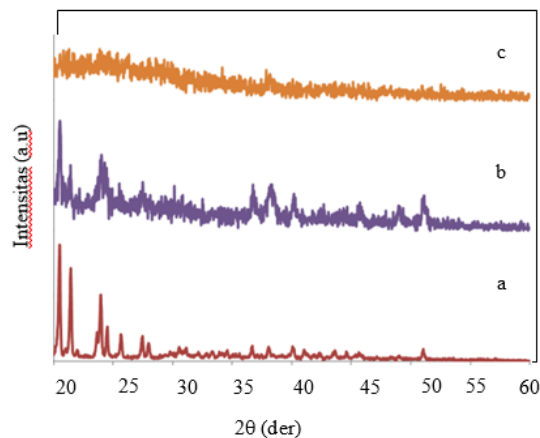
Nanorods Perak yang ditumbuhkan pada larutan penumbuh dengan konsentrasi surfaktan CTAB:HMT sebesar 0,15 M : 0,15 M memiliki nilai serapan yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan konsentrasi surfaktan CTAB:HMT 0,05 M : 0,15 M, 0,1 M : 0,15 M, dan 0,2 M : 0,15 M. Berdasarkan hasil ini maka untuk proses penumbuhan partikel perak *nanorods* dilakukan pada larutan penumbuh dengan konsentrasi surfaktan CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M. Mikrograf TEM perak *nanorods* dengan konsentrasi CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6 . Mikrograf TEM perak *nanorods* dengan larutan penumbuh CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M.

Perak *nanorods* yang ditumbuhkan pada CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M memiliki ukuran lebar 27,45 nm – 51,74 nm dan panjang 75 nm – 150 nm.

Karakterisasi difraksi sinar-X dilakukan untuk memastikan struktur perak partikel nano (**Error! Reference source not found.**).



Gambar 7 Difraktogram XRD perak *nanorods* yang ditumbuhkan pada surfaktan (a) CTAB 0,1 M : HMT 0,1 M, (b) CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M, dan (c) CTAB 0,5 M : HMT 0,5 M.

Pada difraktogram (a) muncul dua puncak khas perak pada sudut 2θ $38,10^\circ$ dan $44,30^\circ$, pada difraktogram (b) muncul puncak pada $38,10^\circ$ dan $44,273^\circ$ dan pada difraktogram (c) puncak puncak pada $38,10^\circ$ dan $44,30^\circ$, semua struktur kristalnya adalah *face-center-cubic* (FCC). Difraktogram (b) memiliki puncak intensitas tertinggi, hal ini menandakan partikel perak yang dipreparasi dengan surfaktan CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M merupakan sampel dengan kandungan partikel nano perak terbanyak. Hal ini menunjukkan bahwa data XRD sesuai dengan data TEM yang sama-sama menyatakan jumlah kandungan perak terbanyak pada kondisi preparasi tersebut.

4. PENUTUP

Partikel *nanorods* perak telah berhasil disintesis menggunakan metode mediasi pembenihan dengan katalis natrium hidroksida dan surfaktan biner CTAB-HMT. Kondisi optimum reaksi berlangsung pada konsentrasi CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M dengan ukuran partikel rata-rata lebar sebesar 27,45 nm – 51,74 nm dan panjang sebesar 75 nm – 150 nm.

Berdasarkan hasil karakterisasi difraksi sinar-X partikel *nanorods* perak yang terbentuk memiliki struktur kristal *Face Centered Cubic* konsentrasi partikel perak tertinggi diperoleh dari surfaktan CTAB 0,15 M : HMT 0,15 M. Berdasarkan variasi konsentrasi surfaktan CTAB: HMT yang diamati memiliki konsentrasi yang sama yaitu 0,15 M pada pembentukan optimum *nanorods* perak.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin., Khairurrijal. 2008 . Review: Sintesis Nanomaterial . *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. 1: 2.
- Burrell RE, Heggers JP, Davis GJ, Wright JB. 1999. Review Efficacy of silvercoated dressings as bacterial barriers in a rodent burn sepsis model. *Wounds*. 11:64- 71
- Brioude, A., X.C. Jiang, M.P. Pileni. 2005.Optical Properties of Silver Nanorods: DDA Simulation Supported by Experiments. *Journal Physics Chemistry B* 109: 13138–13142.
- Cozzoli., P.D, R. Comparelli., E.Fanizza., M.L. Curri., A.Agostiano., D. Laub. 2004 . Photocatalytic Synthesis of Silver Nanoparticles Stabilized by TiO₂ Nanorods : a Semiconductor/ Metal Nanocomposite in Homogenous Nonpolar Solution. *J. Am. Chem. Soc.* 126: 3868-3879.
- Elechiguerra, J.L., Burt, J.L., Morones, J.R., Camacho-Bragado, A., Gao, X., Lara, H.H., Yacaman, M.J. 2005. Interaction of silver nanoparticles with HIV-1. *J. Nanobiotechnol.*, 29 (3): 6.
- Gong, L., Li H., Wang, k., Hu j, Tan W. 2007. Preparation and Antibacterial activity of Fe₃O₄ Ag Nanoparticle. *Nanotechnology*, 18: 604-11.

- Moore, A., Goettmann, F. 2006. The plasmon band in noble metal nanoparticles: An introduction to theory and applications, *New J. Chem.*, 30:1121-1132.
- Percival, S.L., Bowler, P.G., Dolman, J. 2007. Antimicrobial activity of silver-containing dressings on wound microorganisms using an in vitro biofilm model. *Int. Wound. J.* 4: 186-191.
- Wijnhoven, S.W.P., Peijnenburg, W.J.G.M., Herberts, C.A., Hagens, W.I., Oomen, A.G., Heugens, E.H.W., Roszek, B., Bisschops. 2009. Nanosilver : A Review of Available data and Knowledge Gaps in Human and Environmental Risk Assessment. *Nanotoxicology* .3 (2): 109-138.