

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL PLATINA (Pt) DARI LARUTAN KALIUM TETRAKLOOROPLATINAT(II) (K₂PtCl₄)

Himas A.A. Rachman¹, Henry F. Aritonang¹, Harry S.J. Koleangan¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sam Ratulangi, Manado

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan ukuran dan jumlah nanopartikel platina (Pt) dengan mensintesis nanopartikel Pt dari larutan prekursor kalium tetrakloroplatinat(II) (K₂PtCl₄) dengan menggunakan matriks *nata de coco* dan reduktor natrium borohidrida (NaBH₄). Nanopartikel Pt diperoleh dari variasi konsentrasi 10 mM dan 20 mM. Hasil penelitian dianalisis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS) dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Berdasarkan analisis TEM, nanopartikel Pt dari prekursor K₂PtCl₄ memiliki ukuran rata-rata 1 nm dan jumlah kandungan nanopartikel Pt untuk masing-masing konsentrasi prekursor yaitu sebesar 59,16% dan 35,04%.

Kata kunci: Sintesis, nanopartikel Pt, K₂PtCl₄, *nata de coco*

ABSTRACT

The main purpose of this research was to determine the size and the number of content of platinum (Pt) nanoparticles by synthesizing Pt nanoparticles from the precursor solution of potassium tetrachloroplatinate (II) (K₂PtCl₄) using *nata de coco* matrix and reductor of sodium borohydride (NaBH₄). The Pt nanoparticles were obtained from the variations of precursor concentration 10 mM dan 20 mM. The results were analyzed using *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS) and *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Based on TEM analysis, Pt nanoparticles from K₂PtCl₄ precursor have average size of 1 nm and the number of Pt nanoparticles content for each precursor concentration were 59.16% and 35.04%, respectively.

Keywords: Synthesis, Pt nanoparticles, K₂PtCl₄, *nata de coco*

PENDAHULUAN

Nanomaterial adalah material-material yang memiliki ukuran dalam skala 1-100 nm. Ukuran yang kecil tersebut menyebabkan meningkatnya luas permukaan aktif material. Berbagai cara telah banyak dilakukan untuk memperoleh nanomaterial, diantaranya menggunakan material lain sebagai media pertumbuhan partikel (Syahbanu dkk., 2015).

Eksplorasi bahan alami dalam sintesis nanomaterial memberikan keuntungan terutama dari segi biaya yang lebih murah. Penggunaan bahan alami dapat meningkatkan nilai guna dan nilai ekonomi. Bahan alami yang memiliki potensi besar untuk desain material dalam berbagai bidang diantaranya ialah air kelapa yang bertransformasi dalam bentuk *nata de coco* (Syahbanu dkk., 2015).

Nata de coco merupakan produk hasil fermentasi air kelapa oleh bakteri *Acetobacter xylinum*. Umumnya, *nata de coco* dimanfaatkan sebagai salah satu sumber pangan yang kaya akan serat dan digemari oleh berbagai kalangan. Perkembangan teknologi membuktikan bahwa selain sebagai sumber pangan yang lezat, *nata de coco* juga dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang. Salah satu contoh pemanfaatan *nata de coco* yaitu sebagai media pembentukan nanopartikel yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Yang dkk. (2009), Aritonang dkk. (2014) dan Syahbanu dkk. (2015) menggunakan *nata de coco* sebagai matriks untuk mensintesis nanopartikel platina (Pt). Maria dkk. (2009), Maneerung dkk. (2007) dan Salasa dkk. (2016)

memanfaatkan *nata de coco* untuk mensintesis nanopartikel perak.

Nanopartikel yang banyak menarik perhatian ialah nanopartikel logam karena aplikasinya yang luas antara lain dibidang kedokteran, optik, elektronik dan katalis. Diantara banyak logam, satu diantaranya ialah Pt. Platina merupakan unsur golongan transisi yang diaplikasikan sebagai material katalis untuk berbagai keperluan contohnya seperti katalis pada sel bahan bakar. Pt juga digunakan sebagai bahan kontak listrik, peralatan tahan korosi dan peralatan kedokteran gigi (Carrette dkk., 2000). Beberapa prekursor yang biasa digunakan pada sintesis Pt yaitu asam heksakloroplatinat(IV) (H_2PtCl_6), natrium heksakloroplatinat(IV) (Na_2PtCl_6), platinum diklorida(II) ($PtCl_2$), platinum tetraklorida(IV) ($PtCl_4$), kalium tetrakloroplatinat(II) (K_2PtCl_4) dan kalium heksakloroplatinat(IV) (K_2PtCl_6) (Aritonang dkk., 2014).

Untuk mensintesis suatu nanopartikel logam dari sumber prekursornya, dibutuhkan reduktor dan agen penstabil (stabilisator). Reduktor dan agen penstabil biasanya menggunakan bahan kimia. Reduktor berguna untuk mereduksi prekursor logam dan agen penstabil berguna untuk menjaga agar partikel yang terbentuk berukuran nano dan tetap stabil. Reduktor yang biasa digunakan untuk sintesis nanopartikel ialah gas hidrogen (H_2), natrium borohidrida ($NaBH_4$) dan formaldehida ($HCHO$) (Nagarajan, 2008). Menurut Salasa dkk. (2016) agen penstabil yang biasa digunakan ialah PVA (*polyvinyl alcohol*), PVP (*polyvinyl pyrrolidone*), dan PEG (*polyethylene glycol*). Penstabil dari bahan polimer alami juga telah digunakan sebagai stabilisator yaitu polimer selulosa dari *nata de coco* (Aritonang dkk., 2014).

Reduktor dan agen penstabil telah digunakan oleh beberapa peneliti untuk mensintesis nanopartikel logam. Aritonang dkk. (2014) menggunakan prekursor Pt(II) yaitu kalium tetrakloroplatinat (K_2PtCl_4) dan direduksi dengan gas hidrogen memperoleh nanopartikel Pt dengan ukuran rata-rata sebesar 6-9 nm. Selanjutnya, Syahbanu dkk. (2015) menggunakan prekursor Pt(II) yaitu kalium tetrakloroplatinat (K_2PtCl_4) dan direduksi dengan reduktor $NaBH_4$ sambil dialiri gas hidrogen memperoleh nanopartikel Pt dengan ukuran rata-rata 40 nm. Kedua peneliti tersebut menggunakan *nata de coco* sebagai penstabil.

Berdasarkan penelitian diatas, jenis reduktor ternyata dapat memengaruhi ukuran

partikel yang dihasilkan. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menentukan ukuran dan jumlah nanopartikel Pt dengan mensintesis nanopartikel Pt menggunakan prekursor K_2PtCl_4 yang mengandung Pt(II) dengan satu jenis reduktor yaitu $NaBH_4$ dan *nata de coco* sebagai penstabil.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan yaitu akuades, air kelapa, gula pasir ($C_{12}H_{22}O_{11}$), urea ($(NH_2)_2CO$), bakteri *Acetobacter xylinum* (diperoleh dari Bogor), asam asetat glasial (CH_3COOH) (Merck), natrium hidroksida ($NaOH$) (Merck), etanol (C_2H_5OH) 96% (Merck), natrium sitrat ($Na_3C_6H_5O_7$) (Merck), natrium borohidrida ($NaBH_4$) (Merck) dan kalium tetrakloroplatinat(II) (K_2PtCl_4) (Sigma Aldrich). Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas, *hot plate*, pH universal, neraca analitik, alat *press*, alat sonikator merek Krisbow, alat SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) merek JEOL-JSM-6510-LA dan alat TEM (*Transmission Electron Microscopy*) merek JEOL HT-7700.

Pembuatan *nata de coco*

Pembuatan *Nata de coco* menurut metode Radiman & Yuliani (2008). *Nata de coco* dibuat dari air kelapa sebanyak 5 L dimasak hingga mendidih kemudian ditambahkan 500 g $C_{12}H_{22}O_{11}$, 25 g $(NH_2)_2CO$ dan 30 mL CH_3COOH sambil diaduk. Selanjutnya sebanyak 300 ml larutan ini dituang ke dalam wadah plastik, ditutup dan dibiarkan hingga dingin. Setelah dingin, bakteri *Acetobacter xylinum* ditambahkan sebanyak 10% volume media yakni 30 mL bakteri untuk 300 mL larutan media dan didiamkan selama 4 hari. Gel *nata de coco* yang dihasilkan kemudian direndam dalam air panas selama 15 menit, kemudian direndam dalam 1 L larutan $NaOH$ 1% (b/v) selama 24 jam. Selanjutnya *nata de coco* direndam lagi dengan 1 L larutan CH_3COOH 1% (v/v) selama 24 jam dan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Selanjutnya *nata de coco* disimpan dalam 1 L larutan C_2H_5OH 20% (v/v) di dalam lemari es.

Penentuan kadar air

Penentuan kadar air sampel menurut metode Sudarmadji dkk. (1989). Cawan petri

ditimbang terlebih dahulu, kemudian sampel *nata de coco* diletakkan pada cawan tersebut. Setelah itu dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105 °C selama 3 jam. Cawan berisi *nata de coco* tersebut kemudian didinginkan dalam desikator selama 30 menit hingga mencapai suhu ruang, lalu beratnya ditimbang. Perlakuan ini diulangi hingga dicapai berat konstan. Kadar air dari *nata de coco* dihitung dengan persamaan berikut.

$$\text{Kadar air} = \frac{(a + b) - c}{b} \times 100 \%$$

dimana, a adalah berat cawan, b adalah berat sampel awal, dan c adalah berat akhir (berat cawan dan sampel setelah pengeringan).

Sintesis nanopartikel Pt di dalam membran *nata de coco* (NdC/Pt)

Sintesis nanopartikel Pt di dalam membran *nata de coco* menurut metode Yang *et al.* (2009) yang dimodifikasi. *Nata de coco* yang digunakan berasal dari hasil fermentasi hari ke-4. *Nata de coco* dipotong ukuran 4 x 4 cm dan dihipitkan diantara 2 buah batu timbangan selama 15 menit untuk mengurangi kadar air. Selanjutnya *nata de coco* dicelupkan ke dalam gelas kimia berisi 15 mL larutan K₂PtCl₄ 10 mM dan dibuat pH larutan menjadi 5 dengan cara ditambahkan larutan Na₃C₆H₅O₇ 50 mM lalu disonikasi dengan suhu 40 °C selama 12 jam. Setelah itu, ditambahkan larutan NaBH₄ 1,5 M sebanyak 3 tetes dan disonikasi kembali dengan suhu 40°C selama 4 jam. Setelah dikeluarkan dari wadahnya, gel *nata de coco*/platina (NdC/Pt) ini dibilas dengan akuades. Proses pengeringan gel NdC/Pt ini dilakukan dengan cara dihipitkan pada 2 buah batu timbangan selama 15 menit. Setelah dikurangi airnya, dilakukan proses pengeringan dengan ditutup kain tipis dan dijepit bagian sisi membrannya. Gel NdC/Pt ini kemudian dikeringanginkan pada suhu ruang selama 6 hari. Dengan prosedur yang sama dilakukan terhadap prekursor K₂PtCl₄ 20 mM.

Karakterisasi nanopartikel platina

Karakterisasi nanopartikel platina menurut metode Yang *et al.* (2009) dan Aritonang *et al.* (2014). Morfologi permukaan dan komposisi unsur yang terdapat pada membran NdC/Pt dipelajari dengan menggunakan SEM yang dilengkapi dengan sebuah detektor EDS (JEOL-JSM-6510 LA). Analisis distribusi ukuran partikel Pt dikarakterisasi dengan metode TEM (JEOL HT-7700) yang dioperasikan pada

akselerasi tegangan sebesar 120 kV. Gel NdC/Pt yang diperoleh didispersikan dalam C₂H₅OH 96% dengan bantuan alat sonikasi selama 2 menit. Setetes suspensi ini diletakkan pada *grid* tembaga dan dibiarkan mengering pada temperatur kamar dan dicitrakan. Ukuran partikel Pt dianalisis dengan menggunakan program *ImageJ software* dan sebanyak 200 partikel Pt dianalisis dari masing-masing citra TEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

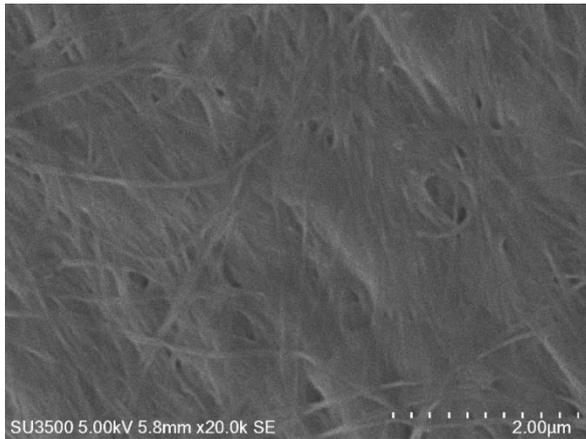
Morfologi *nata de coco*

Hasil penelitian menunjukkan bahwa gel *nata de coco* basah hasil fermentasi 4 hari memiliki ketebalan rata-rata 3,65 mm. Setelah ditekan (*press*) selama 15 menit, ketebalannya menjadi 0,5 mm. Tabel 1 menunjukkan bahwa kadar air rata-rata *nata de coco* setelah ditekan lebih rendah 0,83 % dibanding *nata de coco* basah. Ini menunjukkan bahwa kandungan air berkurang setelah proses penekanan dan *nata de coco* dapat digunakan untuk proses selanjutnya yaitu sebagai matriks/penstabil untuk sintesis nanopartikel Pt. Tujuan dari pengurangan kandungan air *nata de coco* (ditekan) yaitu untuk memudahkan larutan prekursor Pt masuk ke dalam serat-serat *nata de coco*.

Tabel 1. Kadar air *nata de coco*

Kadar Air <i>Nata de coco</i> (%)		
Ulangan	Basah	Ditekan selama 15 menit
1	98,54	97,46
2	98,01	97,19
3	98,17	97,58
Rata-Rata	98,24	97,41

Berdasarkan hasil analisis SEM (Gambar 1), terlihat bahwa *nata de coco* tersusun atas serat-serat selulosa yang saling terjalin satu dengan yang lain, yang akan semakin bertambah rapat dan menjadi tebal seiring bertambahnya lama waktu fermentasi.



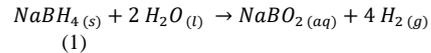
Gambar 1. Citra SEM pada membran *nata de coco*

Serat selulosa *nata de coco* yang dihasilkan dari fermentasi 4 hari tidak menutup sepenuhnya, terlihat dari permukaan *nata de coco* yang masih terdapat pori/rongga (sebagian ditandai oleh lingkaran kuning) dengan ukuran rata-rata sebesar 57 nm. Karena ukuran pori/rongga yang juga nanometer maka *nata de coco* ini dapat digunakan sebagai bioreaktor untuk mensintesis partikel-partikel berukuran nano yaitu untuk mensintesis nanopartikel Pt.

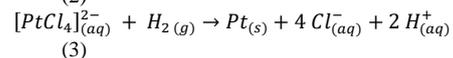
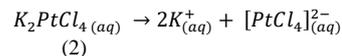
Sintesis nanopartikel Pt di dalam membran *nata de coco* (NdC/Pt)

Untuk *nata de coco* dalam larutan prekursor K_2PtCl_4 , baik konsentrasi 10 mM maupun 20 mM keduanya berubah warna menjadi kehitaman. Berubahnya warna larutan

prekursor Pt menjadi hitam menandakan telah terjadinya proses reduksi seperti yang terlihat pada Gambar 2. Tahapan reaksi reduksi terhadap prekursor Pt dengan reduktor $NaBH_4$ dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut ini.

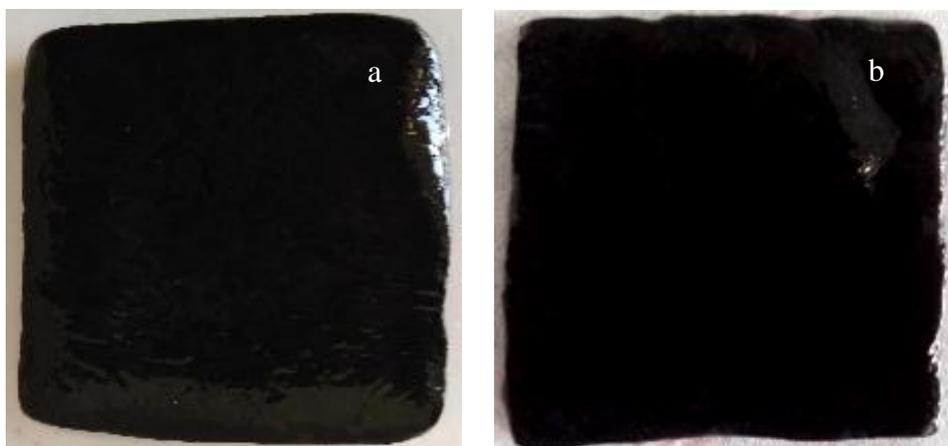


Gas hidrogen yang dihasilkan berperan dalam proses reduksi. Reaksi reduksi antara anion $[PtCl_4]^{2-}$ dari prekursor K_2PtCl_4 dengan gas hidrogen dapat dilihat pada persamaan reaksi berikut ini.

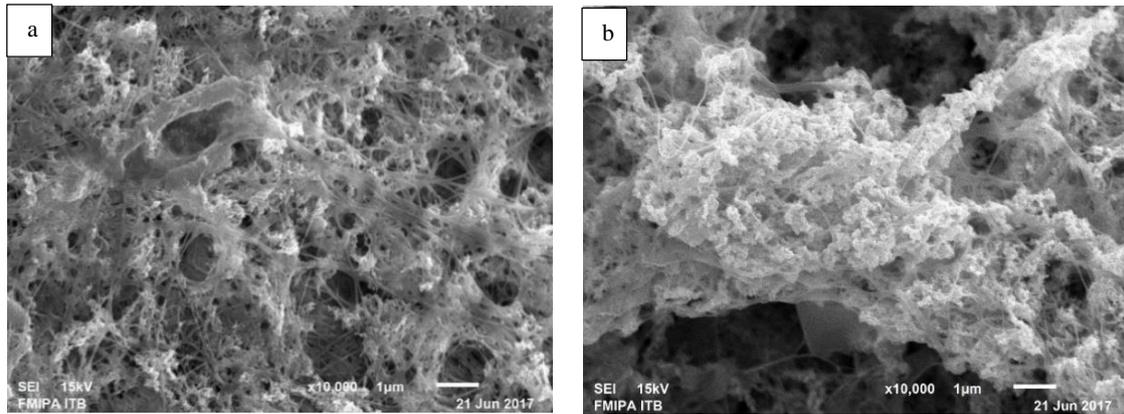


Karakterisasi nanopartikel platina dengan SEM-EDS

Analisis morfologi partikel Pt pada permukaan membran *nata de coco* (NdC/Pt) menunjukkan adanya butiran-butiran berwarna putih yang melekat pada membran *nata de coco* dan butiran tersebut merupakan partikel-partikel Pt. Butiran berwarna putih menandakan partikel Pt telah terbentuk dan terdeposisi pada serat-serat dan pori/rongga *nata de coco*. Partikel Pt dari prekursor K_2PtCl_4 yang terdapat pada permukaan membran NdC/Pt dianalisis menggunakan SEM yang dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 2. Perubahan warna *nata de coco* setelah penambahan reduktor dan sonikasi dalam larutan prekursor: (a) K_2PtCl_4 10 mM dan (b) K_2PtCl_4 20 mM.



Gambar 3. Citra SEM partikel Pt pada permukaan membran : (a) NdC/Pt 10 mM dan (b) NdC/Pt 20 mM.

Berdasarkan analisis SEM pada Gambar 3, tampak bahwa partikel Pt yang terbentuk dari sumber prekursor K_2PtCl_4 10 mM dan 20 mM memiliki kesamaan yaitu saling menggumpal atau terjadinya aglomerasi yang semakin bertambah banyak sesuai dengan meningkatnya konsentrasi.

Tabel 2. Kandungan partikel Pt yang terdapat pada permukaan membran NdC/Pt

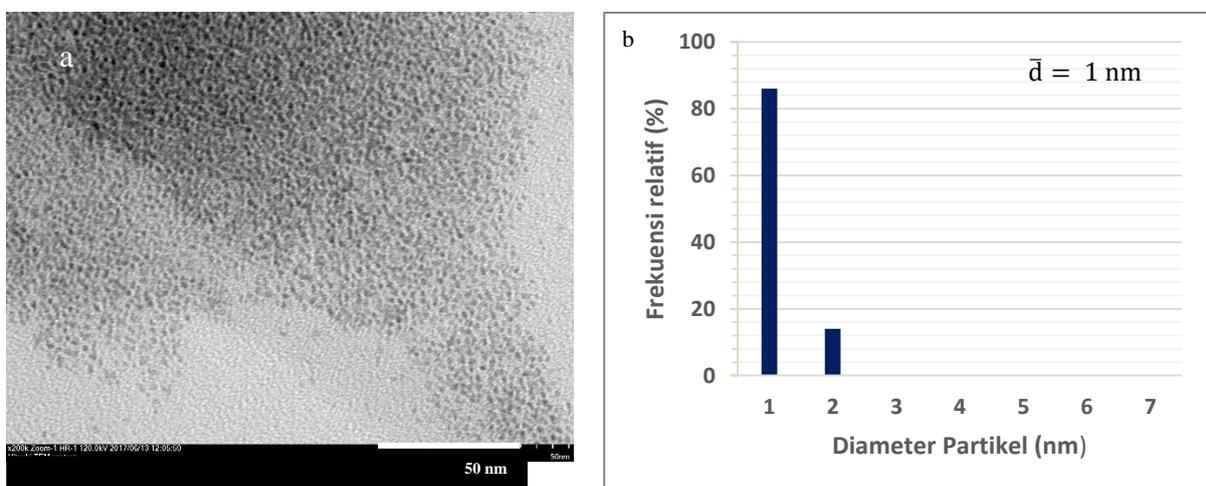
Konsentrasi Prekursor Pt (mM)	NdC/Pt (% massa)
10	35,04
20	59,16

Terjadinya aglomerasi pada sumber prekursor Pt(II) dimungkinkan karena anion $[PtCl_4]^{2-}$ lebih mudah tereduksi sementara proses reduksi masih terus berlangsung sehingga menyebabkan partikel-partikel Pt yang sudah

terbentuk saling berkumpul membentuk gumpalan-gumpalan. Berdasarkan morfologi partikel Pt tersebut juga menunjukkan kandungan partikel Pt pada permukaan *nata de coco* seperti tampak pada Tabel 2. Tabel 2 menunjukkan bahwa kandungan Pt pada konsentrasi 20 mM lebih tinggi dibandingkan konsentrasi 10 mM sehingga dapat dikatakan bahwa semakin tingginya konsentrasi maka jumlah kandungan Pt juga semakin meningkat.

Karakterisasi dengan TEM

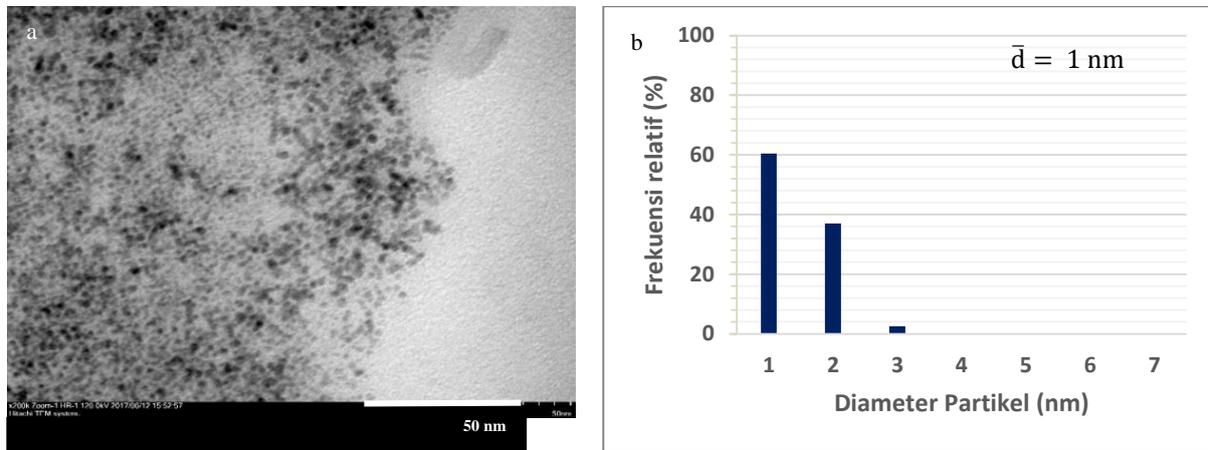
Berdasarkan analisis ini menunjukkan bahwa partikel Pt yang dihasilkan memiliki ukuran yang hampir seragam dan relatif kecil. Ukuran partikel Pt yang diperoleh dari prekursor K_2PtCl_4 10 mM berada pada kisaran 1-2 nm dengan ukuran rata-rata sebesar 1 nm, seperti tampak pada Gambar 4.



Gambar 4. Profil dari : (a) Citra TEM dan (b) Histogram dari distribusi ukuran partikel Pt yang terdapat pada gel NdC/Pt 10 mM

Partikel Pt yang diperoleh dari sumber prekursor K_2PtCl_4 20 mM memiliki ukuran partikel dengan kisaran 1-3 nm. Partikel berukuran 3 nm ini tidak muncul pada konsentrasi 10 mM, hal ini berarti ukuran partikel yang dihasilkan pada konsentrasi 20 mM ini lebih

besar dibandingkan dengan ukuran partikel pada konsentrasi 10 mM. Berdasarkan distribusi ukuran partikel Pt tersebut maka ukuran rata-rata partikel Pt yaitu sebesar 1 nm, seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 5. Profil dari : (a) Citra TEM dan (b) Histogram dari distribusi ukuran partikel Pt yang terdapat pada gel NdC/Pt 20 mM

KESIMPULAN

Partikel Pt yang terbentuk memiliki ukuran rata-rata sebesar 1 nm. Jumlah kandungan nanopartikel Pt yang dihasilkan semakin bertambah seiring dengan meningkatnya konsentrasi yaitu 59,16 % untuk konsentrasi 20 mM dan 35,04 % untuk konsentrasi 10 mM.

DAFTAR PUSTAKA

- Aritonang, H.F., Onggo, D., Ciptati, C. & Radiman, C. 2014. Synthesis of platinum nanoparticles from K_2PtCl_4 solution using bacterial cellulose matrix. *Journal of Nanoparticles*. 2014, 1-6.
- Carrette, L., Friedrich, K.A. & Stimming, U. 2000. Fuel cells: Principles, types, fuels, and applications. *Chemical Physics and Physical Chemistry*. 1(4), 163-193.
- Maneerung, T., Tokura, S. & Rujiravanit, R. 2007. Impregnation of silver nanoparticles into bacterial cellulose for antimicrobial wound dressing. *Carbohydrate Polymer*. 72(1), 43-51.
- Maria, L.C., Santos, A.L.C., Oliveira, P.C., Barud, H.S., Messadeq, Y. & Ribeiro, S.J.L. 2009. Synthesis and characterization of silver nanoparticles impregnated into bacterial cellulose. *Materials Letters*. 63(9-10), 797-799.
- Nagarajan, R. 2008. *Nanoparticles: synthesis, stabilization, passivation and functionalization*. Washington, DC: American Chemical Society.
- Radiman, C. & Yuliani, G. 2008. Coconut water as a potential resource for cellulose acetate membrane preparation. *Polymer International*. 57(3), 502-508.
- Salasa, D., Aritonang, H.F. & Kamu, V.S. 2016. Sintesis nanopartikel perak (Ag) dengan reduktor natrium borohidrida ($NaBH_4$) menggunakan matriks nata de Coco. *Chemistry Progress*. 9(2), 40-47.
- Sudarmadji, S. 1989. *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian*. Yogyakarta: Liberti.
- Syahbanu, I., Radiman, C.L. & Onggo, D. 2015. Deposisi nanopartikel platinum dalam membran nata de coco secara *in situ*. Di dalam: Peran Ilmu MIPA dalam pengelolaan sumber daya alam untuk meningkatkan daya saing bangsa. *Prosiding SEMIRATA bidang MIPA*, Pontianak, 5-7 Mei 2015. 83-92.
- Yang, J., Sun, D., Li, J., Yang, X., Yu, J., Hao, Q., Liu, W., Liu, J., Zou, Z. & Gu, J. 2009. In situ deposition of platinum nanoparticles on bacterial cellulose membranes and evaluation of PEM fuel cell performance. *Electrochimica Acta*, 54(26), 6300-6305