



Sintesis dan Karakterisasi *Carbon Nanodots* dengan Metode *Microwave Assisted Extraction*

[Synthesis and Characterization of Carbon Nanodots with Microwave Assisted Extraction]

Mentik Hulupi, Haryadi, Nabila Sofiyani, Rizka Amalia Nuriana, Retno Indarti, Fauzi Abdilah✉

*Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung
Jl. Gegerkalong Hilir, Bandung 40559 Indonesia*

Abstract. Carbon nanodots (CNDs) is one of the carbon nanoparticles that are environmentally friendly, non-toxic and have optical properties. The aim of this study was to synthesize CNDs from ascorbic acid as a precursor using the Microwave Assisted Extraction (MAE) method. Best results are obtained at 4 minutes of heating and 500W of power. The synthesized CNDs solution showed a blue color under 365 nm UV light. The measurement results with UV-Vis spectrophotometer showed the maximum wavelength at 341.5 nm with an energy gap of 5.57 eV. The results of The Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) analysis show that CNDs have the -OH (hydroxyl) functional group at a wave number of 3354.61 cm^{-1} and C=O functional group at a wave number of 1633.09 cm^{-1} . Characterization results using High Resolution Transmission Electron Microscopy (HRTEM) showed that CNDs were spherical in shape with a particle size range of 2.54-9.48 nm.

Keywords: *ascorbic acid, carbon nanodots, microwave assisted extraction, nanoparticle*

Abstrak. *Carbon nanodots* (CNDs) merupakan salah satu nanopartikel karbon yang ramah lingkungan, tidak beracun dan memiliki sifat optik. Tujuan penelitian ini adalah untuk melakukan sintesis CNDs dari asam askorbat sebagai prekursor melalui metode *Microwave Assisted Extraction* (MAE). Hasil terbaik diperoleh pada pemanasan selama 4 menit dan daya 500W. Larutan CNDs hasil sintesis menunjukkan pendaran berwarna biru di bawah sinar UV 365 nm. Hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV Vis menunjukkan puncak panjang gelombang maksimum pada 341,5 nm dengan nilai energi gap sebesar 5,57 eV. Hasil analisis *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) menunjukkan CNDs memiliki gugus fungsi -OH (hidroksil) pada bilangan gelombang 3354,61 cm^{-1} dan C=O (karbonil) pada bilangan gelombang 1633,09 cm^{-1} . Hasil karakterisasi menggunakan *High-Resolution Transmission Electron Microscopy* (HRTEM) menunjukkan CNDs berbentuk bulat dengan rentang ukuran partikel sebesar 2,54-9,48 nm.

Kata kunci: *asam askorbat, carbon nanodots, microwave assisted extraction, nanopartikel*

Diterima: 28 Mei 2022, Disetujui: 13 Juli 2022

Sitasi: Hulupi, M., Haryadi., Sofiyani, N., Nuriana, RA., Indarti, R., dan Abdilah, F. (2022). Sintesis dan Karakterisasi *Carbon Nanodots* dengan Metode *Microwave Assisted Extraction*. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 8(2): 120-126.

LATAR BELAKANG

Carbon nanodots (CNDs) merupakan kelompok nanomaterial karbon yang tidak

beracun dan memiliki sifat fluoresensi yang baik. CNDs berpotensi diaplikasikan dalam foto katalisis, optoelektronika, bio-imaging, dan sensor (Haryadi *et al.*, 2018; Taspika *et al.*, 2019). CNDs memiliki ukuran rata-rata di bawah 10 nm (Edison *et al.*, 2016). Permukaan

✉ Corresponding author
E-mail: fauzi.abdilah@polban.ac.id

<https://doi.org/10.22487/kovalen.2022.v8.i2.15910>



CNDs memiliki banyak gugus fungsi seperti hidroksil, epoksi, karbonil, dan karboksilat (Gao et al., 2017).

Terdapat dua kategori sintesis CNDs, yaitu metode *top-down* dan *bottom-up* (Yuan et al., 2016). Metode *bottom-up* lebih terjangkau dan energi yang terpakai lebih rendah sehingga lebih menarik untuk dikembangkan. Salah satu metode *bottom-up* yang dipandang sebagai metode unggulan untuk sintesis CNDs secara tepat adalah iradiasi gelombang mikro (*microwave*). Metode ini dapat mengatasi kelemahan pada metode pemanasan sederhana karena metode gelombang mikro memberikan energi yang intens, homogen, dan pemanasan yang efisien. Selain itu, metode ini memerlukan waktu yang singkat untuk mencapai suhu tinggi, sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat (Miao et al., 2015).

Microwave Assisted Extraction (MAE) untuk sintesis CNDs tergolong dalam metode *bottom-up*, berdasarkan prinsip energi gelombang mikro dengan menggunakan microwave. Gelombang mikro merupakan salah satu gelombang elektromagnetik non-pengion dengan frekuensi dari 300 Mhz hingga 300 GHz. Molekul-molekul tersebut akan digetarkan oleh gelombang mikro sehingga rantai karbon mengalami penyusunan ulang tanpa mengurangi kadar air larutan. Radiasi microwave ini memiliki sifat laju reaksi dan selektifitas yang tinggi, hemat energi, pemanasan volumetrik yang merata, sehingga pemanasan langsung terjadi pada sampel dan meningkatkan hasil produk dibandingkan metode konvensional. Sehingga metode ini lebih menjanjikan untuk sintesis nano material (de Medeiros et al., 2019).

Pemanasan menggunakan bantuan energi gelombang mikro didasarkan pada efek

langsung gelombang mikro terhadap molekul dengan konduksi ionik dan rotasi dipol. Resistansi larutan terhadap aliran ion ini menghasilkan gesekan, lalu akan memanaskan larutan. Rotasi dipol berarti penataan ulang dipol dengan bidang yang diterapkan (de Medeiros et al., 2019; Dudley et al., 2015).

Penelitian mengenai sintesis CNDs dengan metode hidrotermal telah banyak dilaporkan. CNDs dapat disintesis secara satu tahap secara hidrotermal dan berpotensi untuk digunakan sebagai sensor ataupun detektor (Li et al., 2018). Penggunaan metode MAE pada sintesis CNDs juga telah dilakukan pada sumber karbon yang berbeda dan doping nitrogen untuk diaplikasikan sebagai sensor Fe^{3+} (Zhang et al., 2017). Selain itu, penggunaan β -alanin (BA) sebagai sumber nitrogen juga telah dilaporkan (Edison et al., 2016). Pada penelitian ini dilakukan sintesis CNDs dari asam askorbat menggunakan metode MAE.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Peralatan pada penelitian ini yaitu *hotplate stirrer*, *microwave*, *Benchtop High Speed Centrifuge*, lampu UV 365 nm, *High-Resolution Transmission Electron Microscopy* (HRTEM), Spektrofotometer Shimadzu UV-1700, dan *Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (ATR-FTIR). Bahan yang digunakan antara lain asam askorbat (Merck), dan akuades.

Prosedur Penelitian

Sintesis CNDs

Carbon nanodots disintesis dengan cara melarutkan asam askorbat 25 g ke dalam 250 mL akuades. Larutan dipanaskan di atas *hotplate* dengan suhu 70°C selama 15 menit

agar larutan menjadi homogen. Kemudian dipanaskan di dalam oven *microwave* dengan daya 400-500 W selama 4 menit. Larutan CNDs dimurnikan dengan sentrifuge pada kecepatan 3000 rpm selama 20 menit, kemudian didekantasi. Supernatant berwarna kuning kecoklatan merupakan CNDs hasil sintesis.

Karakterisasi CNDs

Sifat fluoresensi dari CNDs dianalisis menggunakan lampu UV 365 nm dan diamati secara visual warna pendarannya. Analisis dilakukan dengan cara memasukkan sampel CNDs ke dalam kuvet dan ditambahkan beberapa tetes akuades, lalu kuvet yang berisi sampel disimpan di bawah lampu UV 365 nm.

CNDs diukur serapannya dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang UV (200–400 nm). Sampel yang akan dianalisis diencerkan terlebih dahulu sebanyak 1000 kali, lalu dianalisis menggunakan Spektrofotometer Shimadzu UV-1700.

Analisis gugus fungsi pada CNDs dilakukan dengan menggunakan FTIR jenis *Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (ATR-FTIR).

Penentuan distribusi ukuran partikel dan morfologi CNDs hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan instrumen *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Lempengan karbon yang digunakan dicelupkan ke dalam sampel, lalu dibiarkan mengering. Kemudian, diukur menggunakan HRTEM pada berbagai skala pembesaran.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Sintesis CNDs

Sintesis CNDs berlangsung melalui beberapa tahap reaksi. Setelah asam askorbat

dilarutkan dalam air DM, maka dilakukan proses pemanasan agar larutan tercampur dengan sempurna. Pada proses pemanasan tersebut, sampel akan mengalami dehidrasi atau pelepasan air dari molekul yang bereaksi. Kemudian ikatan rantai karbon yang terkandung dalam asam askorbat akan terputus, proses tersebut merupakan proses polimerisasi.

Setelah proses pemanasan selesai, sampel dimasukkan ke dalam oven *microwave* agar terjadi proses karbonisasi. Pada tahap karbonisasi ini rantai-rantai karbon yang terkandung akan mengalami penyusunan ulang dan membentuk inti CNDs, karena adanya vibrasi (penggetaran) yang merupakan prinsip dari *microwave*. Keberhasilan karbonisasi ditandai dengan perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi kuning kecoklatan (Edison et al., 2016; Lu et al., 2021).

CNDs yang dihasilkan dari *microwave* kemudian disentrifugasi untuk memisahkan CNDs dari agregat (pengotor) yang terkandung. Hasil akhir yang didapatkan adalah CNDs yang berbentuk cair dengan warna kuning kecoklatan transparan (Gambar 1).



Gambar 1. Larutan CNDs dari asam askorbat

Karakteristik CNDs

Karakteristik fluoresensi dari CNDs diamati secara visual di bawah sinar UV 365 nm (Gambar 2). Pendaran yang berwarna biru

mengindikasikan terbentuknya CNDs. Pendaran ini muncul akibat adanya proses penyerapan cahaya pada panjang gelombang 365 nm oleh CNDs, dan menyebabkan elektron tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (pita konduksi).

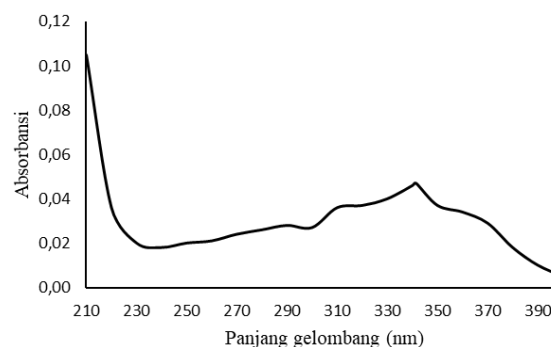


Gambar 2. Emisi fluoresensi CNDs

Elektron pada tingkat energi yang tinggi ini bersifat tidak stabil, sehingga elektron akan kembali ke tingkat energi dasar (pita valensi) atau proses deeksitasi. Pada proses deeksitasi tersebut elektron akan melepaskan energi yang berbentuk emisi berwarna biru.

Sintesis CNDs dengan menggunakan metode MAE telah dilaporkan memberikan karakteristik fluoresensi yang lebih baik dibandingkan metode hidrotermal. Sehingga, dapat digunakan sebagai metode alternatif pada proses sintesis CNDs (Simsek *et al.*, 2019).

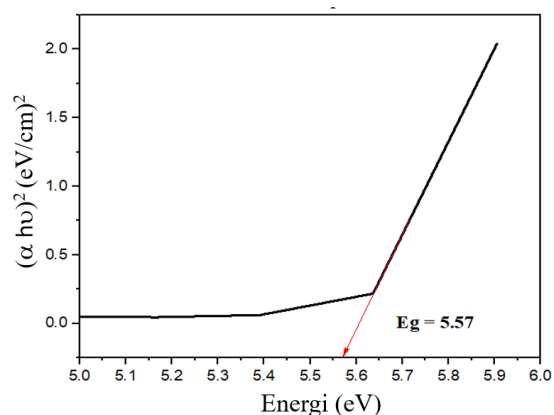
Gambar 3 menunjukkan hasil analisis larutan CNDs menggunakan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu menunjukkan bahwa puncak tertinggi pada CNDs berada pada panjang gelombang 341,5 nm. Puncak absorpsi pada 341 nm disebabkan oleh transisi $n-\pi^*$ yang disebabkan oleh gugus fungsi C=O atau gugus fungsi lain yang berhubungan (Dhanush & Sethuraman, 2021; Wang *et al.*, 2014).



Gambar 3. Hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi CNDs

Transisi elektron pada pengukuran spektrum absorbansi membutuhkan energi agar mungkin terjadi. Energi yang dibutuhkan tersebut adalah energi band gap (Triwardiati & Ermawati, 2018). Besar energi gap dari CNDs dapat dihitung dengan mentransformasikan data spektrum absorbansi UV-Vis menjadi *Tauc Plot* menggunakan persamaan:

$$\alpha^2 = \frac{hc}{\lambda} - E_g \quad (1)$$



Gambar 4. *Tauc plot* CNDs

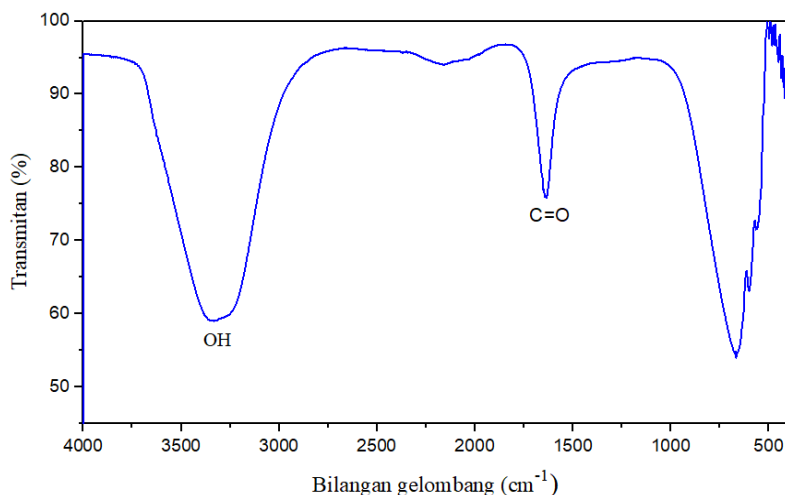
Berdasarkan Gambar 4 dapat diketahui nilai *band gap* dari CNDs adalah 5,57 eV. Semakin rendah *band gap*, menunjukkan energi yang diperlukan untuk proses eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi semakin rendah (Triwardiati & Ermawati, 2018).

Karakterisasi menggunakan FTIR (Gambar 5) dilakukan untuk menentukan gugus

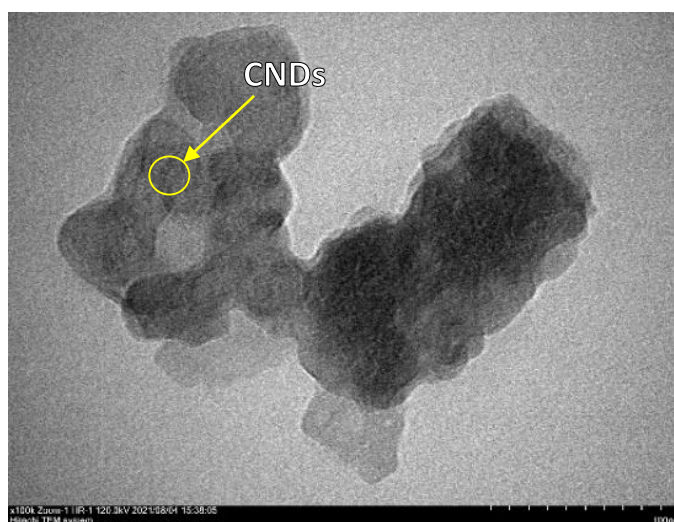
fungsi yang terdapat pada permukaan CNDs. Berdasarkan spektrum FTIR yang diperoleh, CNDs yang disintesis dari asam askorbat mengandung gugus fungsi utama O-H stretching ditunjukkan dengan adanya serapan pada bilangan gelombang $3354,61\text{ cm}^{-1}$ dan C=O stretching pada bilangan gelombang $1633,09\text{ cm}^{-1}$. Hal ini sesuai dengan hasil

penelitian yang dilakukan oleh (Edison et al., 2016; Simsek et al., 2019).

Karakterisasi morfologi dari CNDs dianalisis menggunakan TEM. Pengamatan dilakukan pada pembesaran 100.000 kali. Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa bentuk dari CNDs adalah bulat dan ukurannya tidak seragam (Gambar 6).



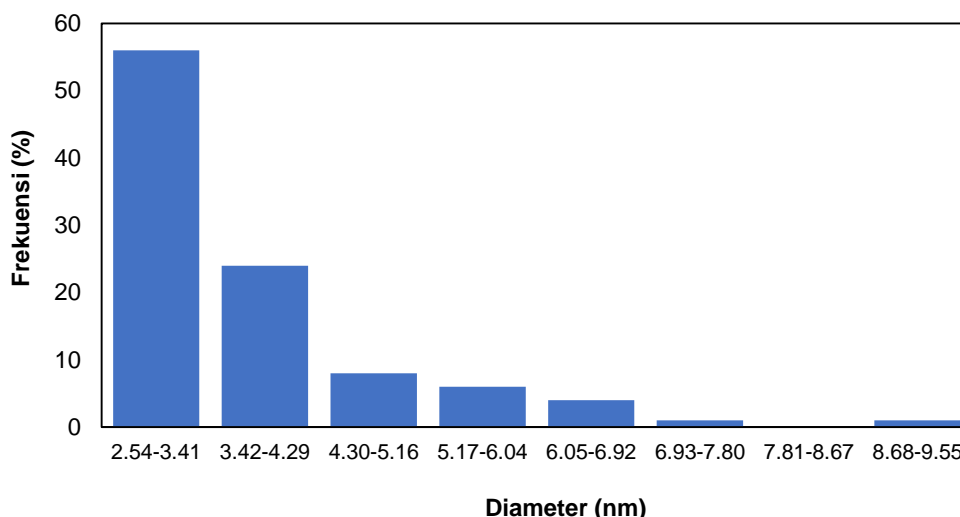
Gambar 5. Spektrum FTIR CNDs



Gambar 6. Hasil analisis TEM CNDs pada pembesaran 100.000 kali.

Ukuran partikel CNDs ditentukan menggunakan aplikasi ImageJ. Kemudian dibuat grafik distribusi ukuran partikel menggunakan *Microsoft Excel* (Gambar 7). Berdasarkan hasil yang diperoleh, diketahui

bahwa CNDs memiliki rata-rata ukuran sebesar 3,64 nm. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa CNDs yang disintesis dari asam askorbat pada penelitian ini telah berhasil dilakukan.



Gambar 7. Distribusi ukuran partikel CNDs

KESIMPULAN

Carbon nanodots (CNDs) berhasil disintesis dari asam askorbat dengan metode Microwave Assisted Extraction (MAE). CNDs disintesis pada kondisi medium (400-500 W). Hasil sintesis menunjukkan perubahan dari tidak berwarna menjadi kuning kecokelatan.

CNDs yang telah disintesis memancarkan warna biru di bawah sinar lampu UV 365 nm. Spektrum absorbansi CNDs pada panjang gelombang UV memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 341,5 nm dengan nilai band gap sebesar 5,57 eV. CNDs yang telah disintesis dari asam askorbat mengandung gugus fungsi utama O-H stretching dan C=O pada bilangan gelombang 3354,61 cm^{-1} dan 1633,09 cm^{-1} . CNDs memiliki bentuk bulat dengan ukuran partikel sebesar 2,54-9,48 nm. Ukuran partikel yang kurang dari 10 nm menunjukkan sintesis CNDs telah berhasil dilakukan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada P3M Politeknik Negeri Bandung.

DAFTAR PUSTAKA

- de Medeiros, T. v., Manioudakis, J., Noun, F., Macairan, J. R., Victoria, F., & Naccache, R. (2019). Microwave-assisted synthesis of carbon dots and their applications. *Journal of Materials Chemistry C*, 7(24): 7175–7195. <https://doi.org/10.1039/c9tc01640f>
- Dhanush, C., & Sethuraman, M. G. (2021). Independent hydrothermal synthesis of the undoped, nitrogen, boron and sulphur doped biogenic carbon nanodots and their potential application in the catalytic chemo-reduction of Alizarine yellow R azo dye. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 260. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2021.119920>
- Dudley, G. B., Richert, R., & Stiegman, A. E. (2015). On the existence of and mechanism for microwave-specific reaction rate enhancement. *In Chemical Science*, 6(4): 2144–2152. Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/c4sc03372h>
- Edison, T. N. J. I., Atchudan, R., Sethuraman, M. G., Shim, J. J., & Lee, Y. R. (2016). Microwave assisted green synthesis of fluorescent N-doped carbon dots: Cytotoxicity and bio-imaging applications. *Journal of Photochemistry and*

- Photobiology B: Biology*, 161: 154–161. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2016.05.017>
- Gao, J., Zhu, M., Huang, H., Liu, Y., & Kang, Z. (2017). Advances, challenges and promises of carbon dots. *In Inorganic Chemistry Frontiers*, 4(12): 1963–1986. Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/c7qi00614d>
- Haryadi, Purnama, M. R. W., & Wibowo, A. (2018). C dots derived from waste of biomass and their photocatalytic activities. *Indonesian Journal of Chemistry*, 18(4): 594–599. <https://doi.org/10.22146/ijc.26652>
- Li, J., Zhang, L., Li, P., Zhang, Y., & Dong, C. (2018). One step hydrothermal synthesis of carbon nanodots to realize the fluorescence detection of picric acid in real samples. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 258: 580–588. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2017.11.096>
- Lu, Y., Wang, S., Yu, K., Yu, J., Zhao, D., & Li, C. (2021). Encapsulating carbon quantum dot and organic dye in multi-shell nanostructured MOFs for use in white light-emitting diode. *Microporous and Mesoporous Materials*, 319. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2021.111062>
- Miao, P., Han, K., Tang, Y., Wang, B., Lin, T., & Cheng, W. (2015). Recent advances in carbon nanodots: Synthesis, properties and biomedical applications. *In Nanoscale*, 7(5): 1586–1595. Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/c4nr05712k>
- Simsek, S., Ozge Alas, M., Ozbek, B., & Genc, R. (2019). Evaluation of the physical properties of fluorescent carbon nanodots synthesized using Nerium oleander extracts by microwave-assisted synthesis methods. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(3): 2721–2731. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.04.008>
- Taspika, M., Permatasari, F. A., Nuryadin, B. W., Mayangsari, T. R., Aimon, A. H., & Iskandar, F. (2019). Simultaneous ultraviolet and first near-infrared window absorption of luminescent carbon dots/PVA composite film. *RSC Advances*, 9(13): 7375–7381. <https://doi.org/10.1039/C8RA09742A>
- Triwardiati, D., & Ermawati, I. R. (2018). Analisis Bandgap Karbon Nanodots (C-Dots) Kulit Bawang Merah Menggunakan Teknik Microwave. *Prosiding Seminar Nasional Teknoka*, 3, E25-E30. <https://doi.org/10.22236/teknoka.v3i0.2810>
- Wang, Y., Kalytchuk, S., Zhang, Y., Shi, H., Kershaw, S. v., & Rogach, A. L. (2014). Thickness-dependent full-color emission tunability in a flexible carbon dot ionogel. *Journal of Physical Chemistry Letters*, 5(8): 1412–1420. <https://doi.org/10.1021/jz5005335>
- Yuan, F., Li, S., Fan, Z., Meng, X., Fan, L., & Yang, S. (2016). Shining carbon dots: Synthesis and biomedical and optoelectronic applications. *In Nano Today*, 11(5): 565–586. Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.nantod.2016.08.006>
- Zhang, X., Lu, J., Zhou, X., Guo, C., & Wang, C. (2017). Rapid microwave synthesis of N-doped carbon nanodots with high fluorescence brightness for cell imaging and sensitive detection of iron (III). *Optical Materials*, 64: 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2016.11.026>