

Penumbuhan Nanopartikel Paladium dalam Sistem Surfaktan Triner pada Substrat Padat

Iwantono^{1*}, E. Taer¹, A. A. Umar² dan I. Rumiati¹

¹Jurusan fisika, Universitas Riau, 28293, simpang baru Riau, Indonesia

²Institute of Microengineering and Nanoelectronics, University Kebangsaan Malaysia, 43600 Bangi, Selangor- Malaysia

*Email : iwan_tono@yahoo.co.uk

Abstrak. Nanopartikel paladium telah berhasil ditumbuhkan di atas permukaan substrat padat (Indium tin oxide (ITO) dan glass slide) dengan menggunakan metode *Seed-mediated Growth*. Penumbuhan nanopartikel paladium tersebut dilakukan dalam sistem surfaktan triner: *Cetyl-trimetyl-ammonium Bromide* (CTAB), *Hexadecyltri-methylene-tetramine* (HMT) dan *Poly-vinyl-poriledon* (PVP). Sampel kemudian dikarakterisasi dengan metode Spektroskopi UV-Vis, Difraksi Sinar-x (XRD) dan *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM). Spektrum UV-Vis memperlihatkan bahwa nanopartikel paladium yang tumbuh di atas ITO dengan variasi volume surfaktan triner: 5 mL CTAB, 2 mL HMT dan 13 mL PVP memiliki puncak intensitas serapan yang paling maksimum dengan puncak tunggal. Pola XRD dari sampel mengkonfirmasi bahwa munculnya puncak intensitas pada sudut 2θ : $40,1^\circ$ dan $46,4^\circ$ adalah representasi dari difraksi bidang kristal *hkl* (111) dan (200) nanopartikel palladium. Sedangkan hasil foto FESEM memperlihatkan bahwa nanopartikel paladium yang tumbuh memiliki bentuk spheris dengan kecenderungan membentuk nanorods. Sampel terbaik yang disiapkan dengan variasi volume CTAB: HMT: PVP = 5 ml: 5 ml: 10 ml menghasilkan nanopartikel palladium yang paling dominan dengan ukuran diameter 6,7 nm-10 nm dan memiliki densitas paling tinggi sebesar $2,94 \times 10^{11}$ butir/cm².

Kata Kunci: Nanopartikel palladium, Surfaktan triner, UV-Vis, XRD, FESEM.

PENDAHULUAN

Dalam beberapa decade belakangan ini, nanopartikel paladium telah menjadi daya tarik bagi para peneliti untuk melakukan riset terhadap karakteristiknya, karena potensinya yang dapat diaplikasikan sebagai katalisator, *thin film*, dan sensor [1]. Paladium merupakan logam yang menarik karena memiliki aktivitas katalis yang tinggi, seperti dalam reaksi hidrogenasi, reaksi suzuki, dan reaksi siklisasi [2].

nanopartikel paladium yang stabil, seperti metode sonokimia, metode sonoelektrokimia dan teknik mikroemulsi [2]. Nanopartikel paladium mengandung senyawa intermetalik yang memiliki aplikasi unik sebagai katalis dan membran aktif [3]. Sejak kemampuan paladium untuk menyerap gas hidrogen telah dilaporkan pada tahun 1866, logam-mulia ini secara ekstensif telah banyak digunakan dan berdampak luas di dalam berbagai industri. Sekitar 10% dari paladium yang diproduksi di dunia digunakan sebagai reaksi katalitis di dalam bahan kimia, farmasi dan industri

minyak tanah, sedangkan 46% digunakan untuk pembuatan komponen elektronik, dan 25% digunakan pada ilmu kedokteran gigi [4].

Dalam penelitian ini, nanopartikel paladium ditumbuhkan dengan menggunakan metoda *Seed-mediated growth* pada substrat ITO dan glass slide. Penumbuhan nanopartikel paladium dilakukan dengan menvariasikan volume surfaktan triner: CTAB, HMT dan PVP. Karakterisasi terhadap sampel dilakukan dengan beberapa metode, yaitu: Spektroskopi UV-VIS, XRD dan FESEM.

METODE PENELITIAN

Materials: Potassium Hexachloro Palladate (K_2PdCl_6), asam askorbik ($C_6H_8O_6$) dan trisodium sitrat ($C_6H_5Na_3O_7$) dibeli dari Wako Pure Chemical, sodium borohydride ($NaBH_4$) berasal dari Fluka, *Cetyl-trimethyl-ammonium Bromide* (CTAB), *Hexa decyltri-methylene-tetramine* (HMT) dan *Poly-vinyl-poriledon* (PVP) dibeli dari Sigma Aldrich. Semua bahan tersebut kemudian dibuat dalam bentuk larutan dengan menggunakan air deionisasi.

PEMBENIHAN NANOPARTIKEL PALADIUM

Pembenihan nanopartikel paladium diawali dengan mencampurkan larutan 0,5 ml K_2PdCl_6 0,01 M dengan 0,5 ml trisodium sitrat 0,01 M dan diaduk secara teratur selama beberapa detik. Setelah larutan homogen, ditambahkan 20 ml air deionisasi. Selanjutnya substrat dimasukkan ke dalam larutan pembenihan ini. Setelah 30 menit ke dalam larutan ini ditambahkan 0,5 ml $NaBH_4$ 0,1 M. Setelah 1 jam, kemudian substrat diangkat dan dibilas dengan air deionisasi dan dikeringkan.

Penumbuhan nanopartikel Paladium dimulai dengan mencampurkan tiga macam surfaktan dengan empat variasi volume, yaitu: CTAB: HMT: PVP = 5 ml: 5 ml: 10 ml, CTAB: HMT: PVP = 5 ml: 7.5 ml: 7.5 ml, CTAB : HMT: PVP = 5 ml: 3 ml: 12 ml, dan CTAB: HMT: PVP = 5 ml: 2 ml: 13 ml. Setelah keempat variasi campuran larutan ini siap, kemudian ditambahkan larutan 0,5 ml K_2PdCl_6 0,01 M, dan diaduk hingga larutan homogen. Setelah itu tambahkan 0,1 ml asam askorbik 0,1 M, aduk hingga larutan homogen. Selanjutnya substrat yang telah melalui proses pembenihan kemudian dimasukkan ke dalam larutan penumbuhan ini selama 4 jam.

KARAKTERISASI

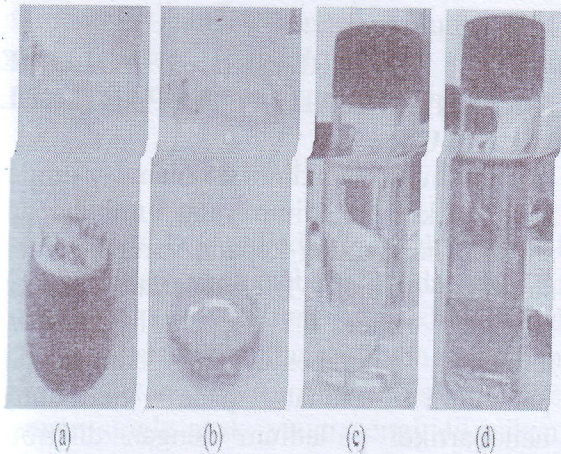
Karakterisasi terhadap sampel dilakukan dengan beberapa metode, yaitu: Spektroskopi UV-Visible dengan menggunakan Spectrophotometer merk Perkin Elmer Lambda 900, Difraksi Sinar-X dengan menggunakan Diffractometer sinar-x merk Siemens D5000, dan metode FESEM dengan menggunakan FESEM seri SUPRA 55VP.

HASIL DAN PEMBAHASAN

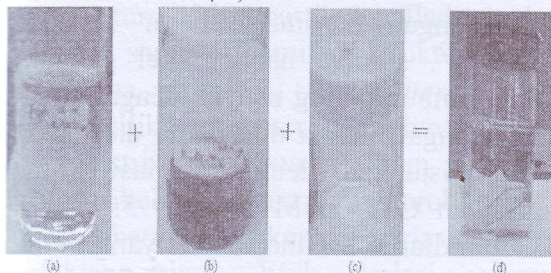
Proses pembenihan nanopartikel palladium dengan larutan 0,5 ml K_2PdCl_6 0,01 M, 0,5 ml trisodium sitrat 0,01 M dan 0,5 ml $NaBH_4$ 0,1 M secara visual dapat dilihat pada Gambar 1.

Perubahan warna yang terjadi pada larutan pembenih menunjukkan terbentuknya partikel nano yang merubah karakteristik atom palladium.





Gambar 1. Perubahan warna pada tahapan pembenihan nanopartikel palladium: (a) 0,5 ml $K_2[PdCl_6]$ 0,01 M; (b) Larutan (a) + 0,5 trisodium sitrat 0,01 M; (c) Larutan (b) + 20 ml air deionisasi; (d) Larutan (c) + 0,5 ml $NaBH_4$ 0,1 M



Gambar 2. Perubahan warna larutan penumbuh nanopartikel palladium: (a) Campuran larutan CTAB+HMT+PVP; (b) Larutan palladium (K_2PdCl_6); (c) Asam askorbik; (d) Larutan a + larutan b + larutan c + substrat hasil pembenihan.

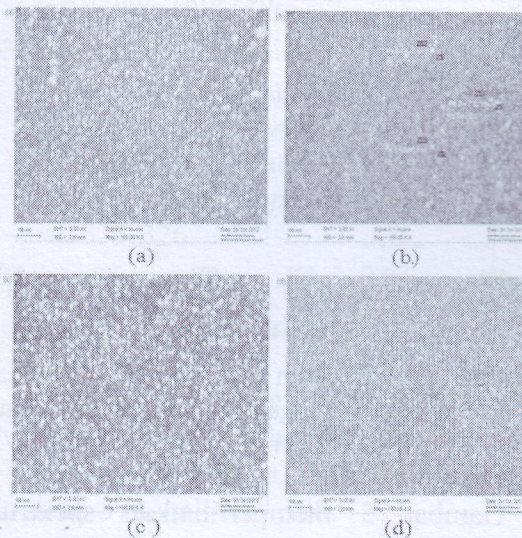
Penumbuhan nanopartikel palladium dalam system surfaktan triner diperlihatkan dengan visualisasi perubahan warna larutan penumbuh, seperti diperlihatkan pada Gambar 2.

Pengaruh variasi volume surfaktan triner pada penumbuhan nanopartikel palladium dikaji dalam penelitian ini dengan membuat beberapa sampel untuk masing-masing volume surfaktan yang berbeda. Selanjutnya sampel dianalisa dengan membandingkan spektrum UV-Vis dan foto

MORFOLOGI DAN STRUKTUR NANOPARTIKEL PALADIUM

Morfologi nanopartikel palladium yang tumbuh pada substrat padat diobservasi dengan FESEM. Foto FESEM dari nanopartikel palladium pada substrat ITO diperlihatkan pada Gambar 3.

Pada Gambar 3 tersebut dapat dilihat bahwa nanopartikel palladium tumbuh pada substrat ITO melingkupi hampir semua bahagian permukaan substrat dengan merata. Bentuk geometri nanopartikel palladium tersebut terlihat berbentuk spheris (bola) dengan ukuran diameter yang merata dan berkisar antara 6,7 – 20 nm. Partikel-partikel tersebut selain tersebar merata, juga ada di beberapa tempat yang tumbuh mengelompok dan cenderung membentuk susunan nanorods.

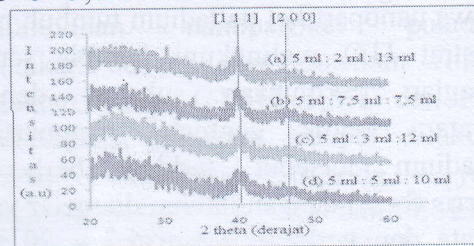


Gambar 3. Foto FESEM nanopartikel palladium pada substrat ITO dengan variasi volume surfaktan triner CTAB:HMT:PVP (a) 5:2:13 mL; (b) 5:7,5:7,5 mL; (c) 5:3:12 mL; (d) 5:5:10 mL

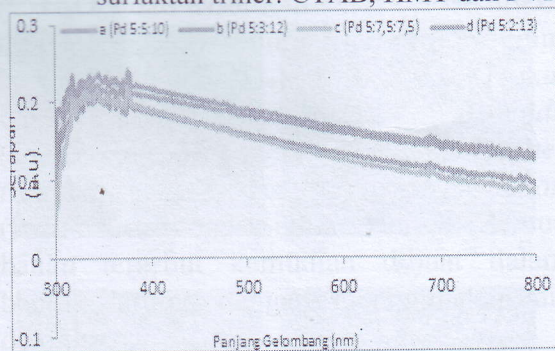
Pola difraksi sinar-X dari sampel yang disiapkan dengan 4 variasi volume surfaktan: CTAB, HMT dan PVP (4 sampel) diperlihatkan pada Gambar 4. Dari gambar tersebut jelas terlihat pada keempat sampel terbentuk dua puncak pada sudut 2θ : 40.05° - 40.16° dan 46.35° - 46.58° .

XRD tersebut dievaluasi menggunakan *Eva Diffra Plus*

yang menghasilkan analisa bahwa kedua puncak tersebut merupakan representasi dari bidang kristal palladium (111) dan (200) berturut-turut. Nanopartikel palladium dari keempat sampel memiliki struktur kristal yang sama, yaitu FCC (*face centered cubic*) dan memiliki parameter kisi $a=b=c=3,8790 \text{ \AA}$.



Gambar 4. Pola XRD dari sampel yang mengandung nanopartikel palladium dengan 4 macam variasi volume surfaktan triner: CTAB, HMT dan PVP



Gambar 5. Spektrum absorpsi UV-Vis dari sampel dengan 4 variasi volume surfaktan triner: CTAB, HMT dan PVP

Gambar 5 memperlihatkan spektrum absorpsi UV-Vis untuk sampel dengan 4 variasi volume surfaktan triner CTAB, HMT dan PVP. Terlihat pada gambar tersebut bahwa spektrum UV-Vis sampel menghasilkan single peak pada panjang gelombang sekitar 350 nm. Puncak intensitas tunggal ini merepresentasikan transverse surface plasmon resonance (T-SPR), yang merupakan tipikal spektrum UV-Vis untuk nanopartikel palladium sferis. Pada gambar tersebut juga terlihat bahwa spektrum absorpsi UV-Vis paling tinggi dihasilkan dari sampel dengan variasi

EFEK VARIASI VOLUME SURFAKTAN PADA NANOPARTIKEL PALADIUM

Distribusi ukuran dan jumlah nanopartikel palladium yang tumbuh pada substrat bergantung kepada variasi volume surfaktan triner. Efek variasi volume surfaktan triner: CTAB, HMT dan PVP terhadap pembentukan nanopartikel palladium terlihat pada tumbuhnya nanopartikel palladium dengan distribusi ukuran partikel dan jumlah partikel yang terbentuk sedikit bervariasi. Ukuran diameter partikel paling kecil (pada range 4-10 nm) diperoleh ketika volume PVP nya paling kecil dan volume HMT nya paling besar, yaitu dengan variasi volume surfaktan CTAB:HMT:PVP = 5:7,5:7,5 mL, dengan densitas sebesar $2,21 \times 10^{11}$ butir/cm². Jumlah nanopartikel palladium yang tumbuh paling banyak dengan ukuran yang sangat merata dihasilkan dari sampel yang disiapkan dengan variasi volume surfaktan CTAB:HMT:PVP = 5:5:10 mL. Ukuran diameter nanopartikel yang tumbuh adalah dominan pada rentang 6,7 – 10 nm, sedangkan densitasnya adalah sebesar $2,94 \times 10^{11}$ butir/cm². Untuk sampel dengan volume PVP lebih besar dan volume HMT lebih kecil menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar. Sampel dengan variasi volume surfaktan CTAB:HMT:PVP = 5:2:13 mL dan 5:3:12 mL menghasilkan nanopartikel palladium dengan ukuran diameter pada 2 range ukuran, yaitu 6,7-10 nm dan 13,3-20 nm, dengan densitas pada range nilai $1,6 \times 10^{11}$ butir/cm² dan 2×10^{11} butir/cm².

Surfaktan PVP yang memiliki berat molekul yang paling besar dibandingkan dengan CTAB dan HMT memberikan dampak terhadap ukuran partikel palladium yang terbentuk. Sampel dengan volume PVP yang terkecil (7,5 mL) menghasilkan ukuran partikel pada rentang diameter terkecil (4-10 nm). Sedangkan volume HMT terkait dengan jumlah partikel yang

terbentuk, sampel dengan volume HMT yang besar (5 mL dan 7,5 mL) menghasilkan jumlah partikel yang besar.

KESIMPULAN

Nanopartikel palladium telah berhasil ditumbuhkan pada substrat padat dengan menggunakan metode seed-mediated growth. Partikel palladium yang tumbuh menghasilkan spectrum absorpsi UV-Vis dengan single peak, yang mengindikasikan bentuk geometri berupa spheris. Pola XRD dari 4 variasi sampel dengan perbedaan volume surfaktan triner, menghasilkan dua puncak XRD (pada sudut $2\theta = 40.05^\circ$ - 40.16° dan 46.35° - 46.58°) yang merupakan representasi dari nanopartikel palladium dengan bidang kristal (111) dan (200) berturut-turut. Nanopartikel palladium dari keempat sampel memiliki struktur kristal yang sama, yaitu FCC (*face centered cubic*) dan memiliki parameter kisi $a=b=c = 3,8790 \text{ \AA}$. Distribusi ukuran dan jumlah nanopartikel palladium yang tumbuh pada substrat bergantung kepada variasi volume surfaktan triner. Efek variasi volume surfaktan triner: CTAB, HMT dan PVP terhadap pembentukan nanopartikel palladium terlihat pada tumbuhnya nanopartikel palladium dengan distribusi ukuran partikel dan jumlah partikel yang terbentuk sedikit bervariasi.

Untuk penelitian selanjutnya, perlu dilakukan variasi volume PVP dan HMT yang lebih banyak untuk mendapatkan kondisi optimum penumbuhan nanopartikel palladium. Karena ukuran partikel palladium yang sangat kecil, maka diperlukan karakterisasi FESEM atau STM atau AFM yang lebih tajam dan akurat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penghargaan dan apresiasi yang besar disampaikan kepada DP2M Dikti atas dukungan dan fasilitas yang diberikan.

disampaikan kepada Universitas Riau dan Universit Kebangsaan Malaysia atas ijin untuk karakterisasi sampel (FESEM dan XRD) dan memberi akses yang luas demi terselesaikannya riset ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Tan, M.N., Park, Y.S. (2009). Synthesis of Stable Hollow Silica Nanospheres, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 15(3), hal. 365-369.
- [2] Nath, S., Snigdhamayee P., Sudipa P., Soumen B., Tarasankar P. (2007). Photochemical Evolution of Palladium Nanoparticles in Triton X-100 and Its Application as Catalyst for Degradation of Acridine Orange, *Current Science*, 92(6), hal. 786-790.
- [3] Komatsu, T., Koichiro, I., Tomoyuki, U., Ayumu, O., Tatsuaki, Y. Nano-size Particles of Palladium Intermetallic Compounds as Catalysts for Oxidative Acetoxylation. *Applied Catalysis*, 251, hal. 315-326.
- [4] Carrington, N.A., D. Lynn R., Zi-Ling X., (2006). Palladium and the Electrochemical Quartz Crystal Microbalance: a New Method for the in Situ Analysis of the Precious Metal in Aqueous Solutions, *Analytica Chimica Acta*, 572, hal. 303-308.
- [5] A.Almayani, O.M. Lemine. (2012). FE-SEM Characterization of Some Nanomaterial, National Nanotechnology Research Centre, hal. 463-472.
- [6] Astuti, D.W., Irvina, F., Fatimah., N.H, Lutfiana., R, Maharani., Maeistuti, N., Widhyastuti, Y. (2009). X-Ray Diffractometer, Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik, UNS, Surakarta.
- [7] Ducreux-Zappa, M., J.-M. Mermet. (1996). *Analysis of Glass by UV Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry. Part 1. the Laser Parameters on the*



Amount of Ablated Material and the Temporal Behaviour of the Signal for Different Types of Laser, Spectrochimica Acta, 51, hal. 321-332.

- [8] Łukaszewski, M., A. Zurowski, A. Czerwinski. (2008). Hydrogen in Thin Pd-Based Layers Deposited on Reticulated Vitreous Carbon - a New System for Electrochemical Capacitors, *Journal of Power Sources*, 185, hal. 1598-1604.
- [9] Ahmadian. N, A.A. Babaluo and B.Bayati. (2007). Palladium Nanoparticles Synthesis Using Polymeric Matrix : Poli (Etyleneglycol) Molecular Weight and Palladium Concentration Effects, *International Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 3(1), hal. 37-43.
- [10] Schields, P.J. (1991). Bragg's Law and Diffraction How waves reveal the atomic structure of crystals. Center for High Pressure Research Department of Earth & Space Sciences State University of New York at Stony Brook Stony Brook, NY 11794-2100.
- [11] Suhendro, P. P., (2012). Sisintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Nanofluida Undoped ZnO (Seng Oksida) dengan Metode Kopresipitasi serta Aplikasinya pada Heat Pipe, Program Studi Fisika FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
- [12] Vollath, Dieter. (2008). Nanomaterials : An Introduction to Synthesis, Properties, and Application, *Enviromental Engineering and Management Journal*, 7(6), hal. 865-870.

