

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

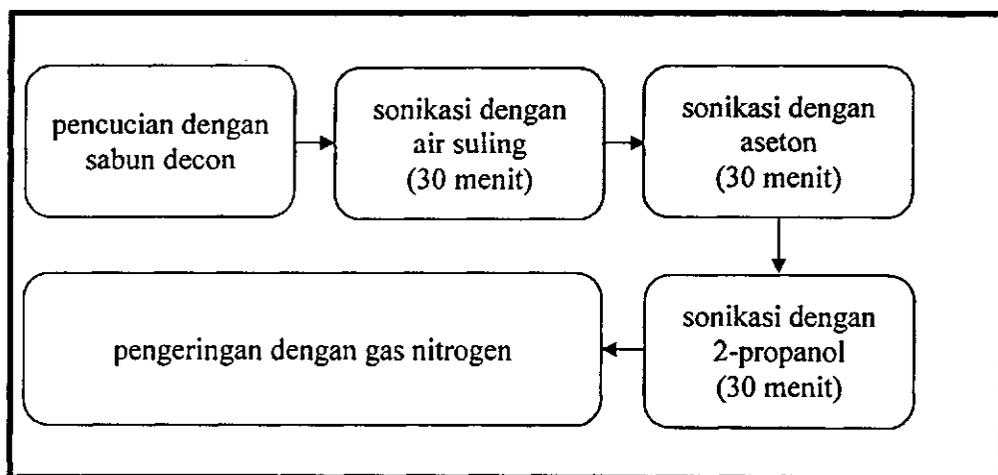
5.1. Persiapan awal

Pengumpul arus stanles steel 316L dibeli dalam bentuk batangan. Setelah dipotong-potong dengan ketebalan 0.5 mm, pengumpul arus mengalami proses pemolesan, pencucian dengan acetone dan etanol ataupun dengan larutan asam untuk menghilangkan oksidasi logam.

5.2. Penumbuhan dan Karakterisasi *Nanopartikel gold nanorods* melalui metode penumbuhan dengan mediasi pembenihan (*seed-mediated growth*).

5.2.1 Penyiapan Substrat

Langkah pertama dalam penyiapan substrat adalah membersihkan substrat dari kotoran atau lemak. Kebersihan peralatan dan substrat yang akan digunakan menjadi perhatian yang sangat penting karena sedikit saja kotoran yang terdapat pada peralatan atau substrat yang digunakan dapat menggagalkan tumbuhnya nanopartikel. Pada gambar 5.1 ditunjukkan skema dari proses pembersihan substrat.



Gambar 5.1. Skema pembersihan substrat

Pada tahap pertama substrat dicuci dengan menggunakan sabun decon yang telah dicampur dengan air. Pencucian dengan sabun decon bertujuan untuk menghilangkan lemak dan kotoran-kotoran yang melekat pada substrat. Setelah dilakukan pencucian dengan sabun decon, peralatan dan sampel dibilas dengan menggunakan air suling.

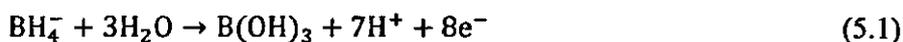
Langkah selanjutnya adalah membersihkan substrat dengan cara sonikasi menggunakan air suling selama 30 menit. Sonikasi dengan air suling ini bertujuan untuk membersihkan sisa-sisa kotoran dan sabun decon serta bahan kimia yang bersifat polar yang kemungkinan masih melekat pada substrat.

Selanjutnya substrat dibilas lagi dengan air suling dan disonikasi kembali dengan menggunakan larutan aseton dan larutan 2-propanol masing-masing selama 30 menit. Penggunaan aseton dan 2-propanol sebagai larutan pencuci karena sifatnya yang semipolar sehingga dapat melarutkan berbagai jenis senyawa. Selain itu, aseton dan 2-propanol juga mudah menguap sehingga diharapkan kotoran-kotoran yang tidak bisa larut dalam pelarut air dapat larut dan menguap bersama dengan aseton dan 2-propanol.

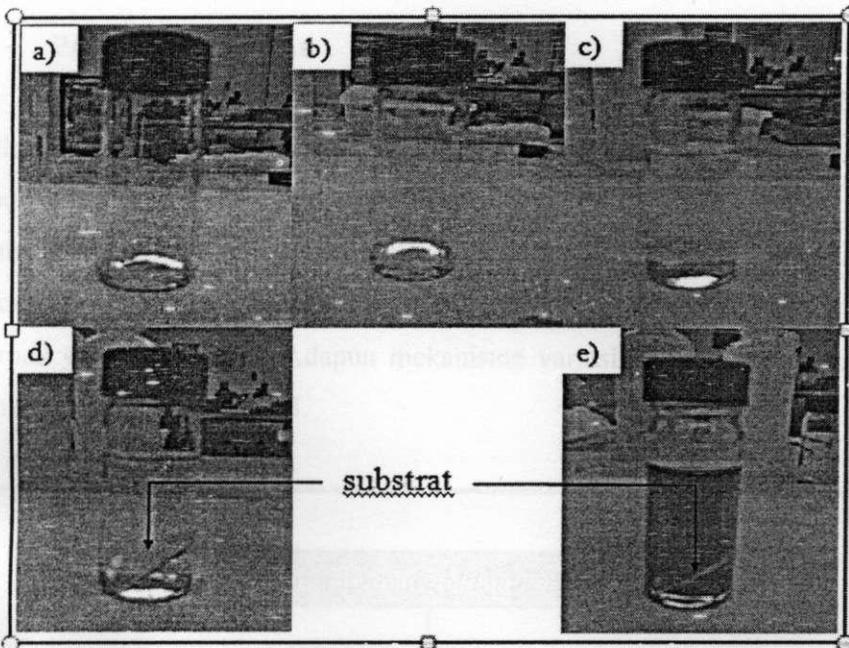
Langkah terakhir dalam proses pembersihan peralatan dan sampel adalah proses pengeringan. Substrat dikeringkan dengan menggunakan gas nitrogen dan selanjutnya disimpan di dalam ruang vakum untuk menjaga agar sampel tetap bersih dan tidak terkontaminasi dengan debu atau zat lain yang dapat menempel pada permukaan sampel yang telah dibersihkan.

5.2.2 Proses Pembenuhan

Langkah pertama yang harus dilakukan pada proses pembenuhan adalah menyiapkan larutan pembenuh. Larutan pembenuh merupakan larutan campuran yang terdiri dari larutan HAuCl_4 , larutan trisodium sitrat dan larutan NaBH_4 . Pada proses pembenuhan, ion Au^{3+} yang berasal dari HAuCl_4 dikapsul dengan ion sitrat. Dengan pengkapsulan ini, ion Au^{3+} tidak mengumpul membentuk senyawa Au. Dengan adanya NaBH_4 sebagai pereduksi keras, ion Au^{3+} langsung direduksi menjadi atom Au. Adapun reduksi ion Au^{3+} menjadi atom Au dapat dituliskan dalam persamaan setengah reaksi sebagai berikut:



Dari persamaan (5.1) dan (5.2) dapat dilihat bahwa pada proses pembenuhan, 3 mol ion BH_4^- akan mereduksi 8 mol ion Au^{3+} menjadi atom Au. Proses pembenuhan pada penelitian ini dilakukan dengan cara *in situ* dimana agen pereduksi (NaBH_4) dicampurkan pada larutan pembenuh setelah substrat dimasukkan ke dalam larutan pembenuh selama 30 menit. Hal ini bertujuan agar ion Au^{3+} terkapsul secara sempurna sebelum tereduksi menjadi atom Au. Adapun proses pembenuhan nanopartikel emas diperlihatkan pada gambar 5.2.



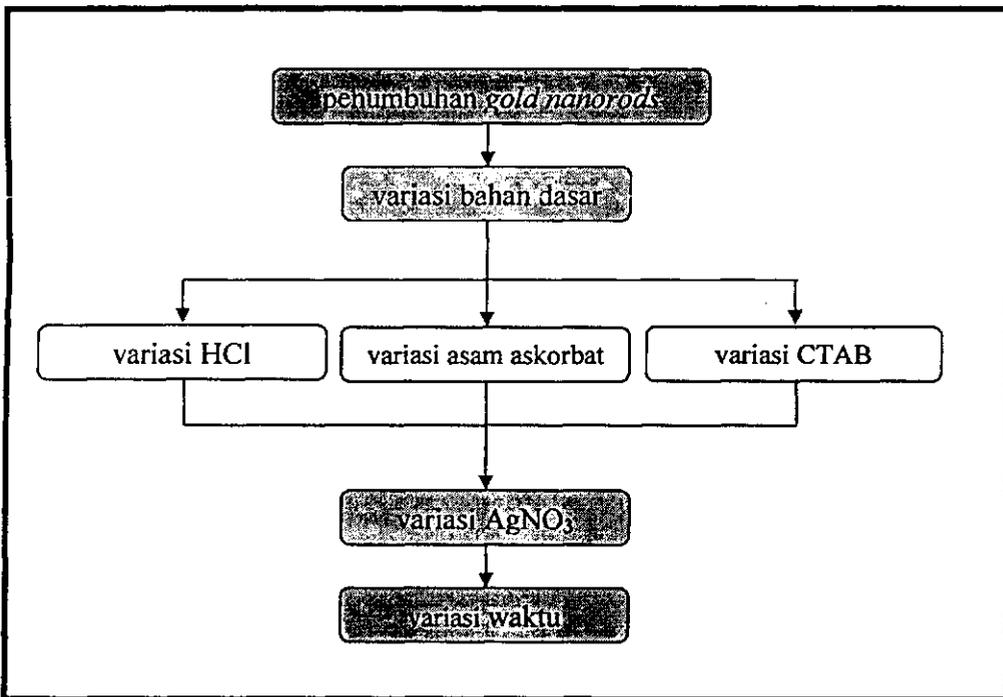
Gambar 5.2. Mekanisme pembuatan larutan dan pembedihan nanopartikel emas (a) 0,5 ml HAuCl_4 0,01 M (b) larutan a ditambah 0,5 ml trisodium sitrat 0,01 M (c) larutan b ditambah 20 ml air murni (d) substrat dimasukkan ke dalam larutan c dan (e) larutan c yang telah ditambah 0,5 ml NaBH_4 0,1 M

Proses pembedihan dilakukan dengan cara merendam substrat ke dalam larutan yang terdiri dari 0,5 ml HAuCl_4 dengan konsentrasi 0,01 M dan 0,5 ml trisodium sitrat dengan konsentrasi 0,01 ml dan dicampur dengan 20 ml air murni yang telah diionisasi. Dalam larutan ini substrat ITO direndam selama 30 menit. Selama proses ini, larutan pembedih tidak mengalami perubahan warna dan tetap berwarna bening. Setelah 30 menit, dimasukkan larutan NaBH_4 dengan molaritas 0,1 M sebanyak 0,5 ml dan dibiarkan selama 1 jam. Ketika dimasukkan NaBH_4 , larutan pembedih mengalami perubahan warna menjadi kecoklatan. Hal ini dikarenakan terjadinya proses reduksi ion Au^{3+} menjadi atom Au oleh NaBH_4 . Dalam merendam substrat, permukaan substrat yang memiliki sifat konduktivitas berada pada bagian atas selama proses pembedihan berlangsung. Suhu ruangan yang digunakan selama proses pembedihan adalah 28-30 °C.

Setelah selesai, substrat diangkat dari larutan pembedih dan dibilas dengan air murni yang telah dionisasi dan selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan gas nitrogen. Langkah terakhir adalah *annealing*. Sampel yang telah dibenihkan dibakar dalam *furnace* selama 2 jam pada suhu 200 °C. Proses *annealing* ini bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik yang ada pada substrat setelah direndam dalam larutan pembedih.

5.2.3 Proses Penumbuhan

Seperti halnya pada proses pembenihan, pada proses penumbuhan juga harus disediakan larutan penumbuh terlebih dahulu. Larutan penumbuh merupakan larutan campuran dengan bahan dasar HAuCl_4 , CTAB dan HCl. Adapun bahan-bahan lain yang ditambahkan dalam larutan penumbuh untuk mendapatkan *gold nanorods* adalah AgNO_3 . Bahan-bahan larutan penumbuh akan divariasikan konsentrasinya untuk mendapatkan *gold nanorods* yang diinginkan. Adapun mekanisme variasi penumbuhan digambarkan dengan bagan seperti pada gambar 5.3.



Gambar 5.3. Diagram mekanisme variasi penumbuhan *gold nanorods*

5.2.4 Efek Masing-masing Bahan Dasar dalam Penumbuhan *Gold Nanorods*

a. Variasi HCl

Salah satu aspek penting yang mempengaruhi pembentukan *gold nanorods* adalah pH atau tingkat keasaman larutan penumbuh. Salah satu cara untuk mengatur tingkat keasaman pada larutan penumbuh dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi HCl pada larutan penumbuh.

Pada penumbuhan dengan variasi HCl, disediakan lima buah sampel dan lima buah larutan pembenih. Larutan pembenih dibuat dengan cara mencampur sebanyak 0,1 ml larutan asam askorbat dengan konsentrasi 0,1 M ke dalam larutan yang terdiri dari 0,5 ml HAuCl₄ dengan molaritas 0.01 M dan 20 ml CTAB dengan molaritas 0,1 M. Kemudian ke dalam masing-masing larutan ini dicampurkan larutan HCl 38 % dengan volume yang berbeda-beda mulai dari 0,02 ml; 0,05 ml; 0,10 ml; 0,15 ml dan 0,20 ml. Kemudian botol yang berisi larutan penumbuh diguncang-guncang secara perlahan agar larutan penumbuh merata. Selanjutnya lima buah substrat ITO yang telah dibenihkan masing-masing direndam ke dalam larutan penumbuh dan dibiarkan selama 2 jam. Setelah 2 jam, sampel dibilas dengan air murni yang telah diionisasi dan selanjutnya dikeringkan dengan gas nitrogen untuk dikarakterisasi.

b. Variasi Asam Askorbat

Larutan penumbuh pada variasi asam askorbat sama dengan larutan penumbuh pada variasi HCl (0,5 ml HAuCl₄ 0,01 M; 20 ml CTAB 0,1 M), dengan konsentrasi HCl yang digunakan adalah HCl yang menghasilkan pertumbuhan optimum dan asam askorbat 0,1 M divariasikan dari volume 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,4 ml; 0,5 ml dan 0,6 ml. Selanjutnya substrat ITO yang telah dibenihkan direndam ke dalam larutan penumbuh dengan variasi asam askorbat dan ditumbuhkan selama 2 jam.

Adapun proses reduksi ion Au³⁺ menjadi ion Au⁺ oleh asam askorbat dapat dituliskan dalam persamaan setengah reaksi sebagai berikut:



Adapun proses reduksi ion Au⁺ menjadi atom Au terjadi melalui transfer elektron pada permukaan atom Au yang kaya elektron hasil dari proses pembenihan dan dituliskan dalam persamaan setengah reaksi sebagai berikut:



c. Variasi CTAB

Larutan penumbuh untuk variasi CTAB dibuat dengan mencampurkan 0,5 ml HAuCl₄ 0,01 M, HCl yang menghasilkan pertumbuhan optimum, serta asam askorbat 0,1 M yang menghasilkan pertumbuhan optimum ke dalam 20 ml larutan CTAB yang konsentrasinya divariasikan dari 0,05 M; 0,1 M; 0,15 M; 0,20 M dan 0,25 M untuk selanjutnya didapat larutan penumbuh dengan konsentrasi bahan dasar (HAuCl₄, HCl, asam

askorbat dan CTAB) yang menghasilkan *gold nanorods* optimum. Selanjutnya substrat ITO yang telah dibenihkan direndam ke dalam larutan penumbuh dengan variasi CTAB dan ditumbuhkan selama 2 jam

5.2.5 Pengaruh Penambahan AgNO_3 Terhadap Penumbuhan *Gold Nanorods*

Kajian penambahan ion Ag^+ dilakukan dengan menambahkan 0,1 ml larutan AgNO_3 yang divariasikan konsentrasinya dari 2 μM ; 5 μM ; 10 μM ; 15 μM ; 20 μM dan 25 μM ke dalam larutan penumbuh dengan bahan dasar yang menghasilkan *gold nanorods* optimum. Selanjutnya substrat ITO yang telah dibenihkan direndam ke dalam larutan penumbuh yang telah ditambahkan AgNO_3 dengan berbagai variasi konsentrasi dan ditumbuhkan selama 2 jam.

5.2.6 Pertumbuhan *Gold Nanorods*

Evolusi pertumbuhan *gold nanorods* diamati dengan menumbuhkan *gold nanorods* pada konsentrasi larutan penumbuh yang menghasilkan *gold nanorods* optimum. Kajian dilakukan dengan memvariasikan waktu penumbuhan. Adapun waktu penumbuhan divariasikan mulai dari 5 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 1 jam, 2 jam dan 2,5 jam.

5.2.7 Karakterisasi

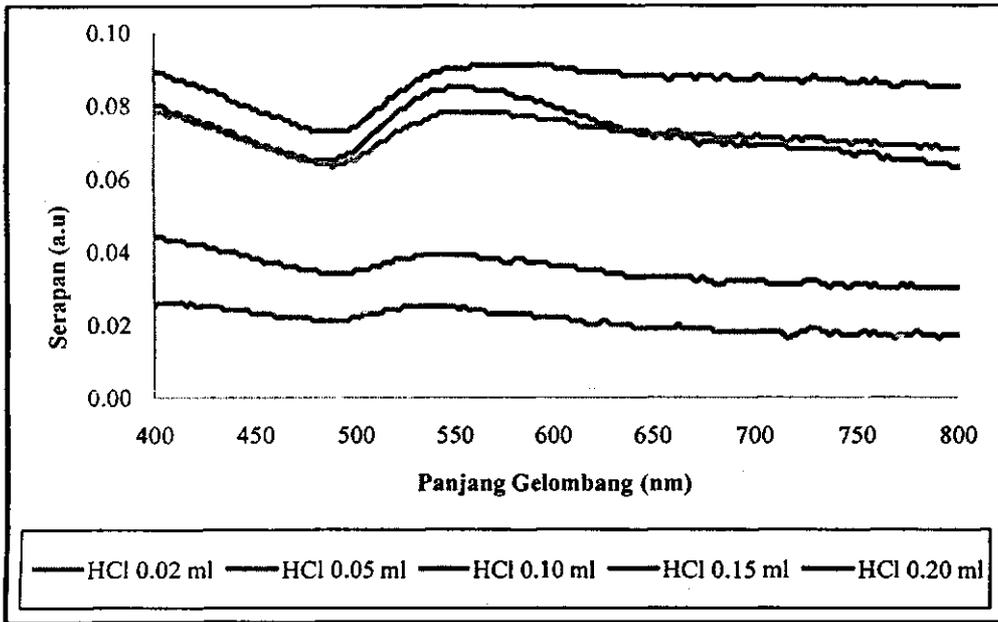
Setelah nanopartikel emas berhasil ditumbuhkan di atas permukaan substrat ITO, dilakukan karakterisasi untuk mengetahui karakteristik nanopartikel yang telah terbentuk. Karakterisasi ini meliputi spektroskopi Uv-Vis untuk mengetahui bentuk kurva serapan sampel, SEM untuk mengetahui bentuk nanopartikelnya serta difraksi sinar-X untuk memastikan bahwa nanopartikel yang telah berhasil disintesis merupakan nanopartikel emas.

5.2.8. Efek Masing-masing Bahan Dasar pada Penumbuhan *Gold Nanorods*

Efek masing-masing bahan pada penumbuhan *gold nanorods* meliputi efek variasi HCl, variasi asam askorbat dan variasi CTAB.

1. Variasi HCl

Kurva serapan dari hasil karakterisasi UV-Vis dari sampel yang telah ditumbuhkan *gold nanorods* pada konsentrasi HCl 0,02 ml; 0,05 ml; 0,10 ml; 0,15 ml; dan 0,20 ml diperlihatkan pada gambar 5.4.



Gambar 5.4. Kurva serapan sampel yang ditumbuhkan pada berbagai konsentrasi HCl

Pada gambar 5.5, ditunjukkan bahwa kelima sampel yang telah ditumbuhkan *gold nanorods* dengan berbagai konsentrasi HCl menghasilkan satu puncak serapan, yaitu pada panjang gelombang disekitar 550 nm. Fenomena ini memberikan gambaran kemungkinan bahwa nanopartikel emas yang telah ditumbuhkan berbentuk spheris. Dari gambar tersebut juga terlihat bahwa nanopartikel yang ditumbuhkan pada larutan penumbuh dengan konsentrasi HCl 0,02 ml; 0,10 ml dan 0,15 ml memiliki nilai serapan lebih tinggi jika dibandingkan dengan sampel yang ditumbuhkan pada larutan penumbuh dengan konsentrasi HCl 0,05 ml dan 0,20 ml. Puncak serapan dari nanopartikel yang ditumbuhkan dengan konsentrasi HCl 0,02; 0,10 dan 0,15 ml masing-masing bernilai 0,085 au, 0,078 au dan 0,090 au. Sedangkan untuk konsentrasi HCl 0,05 puncak serapannya bernilai 0,039 au dan untuk konsentrasi HCl 0,05 ml puncak serapannya bernilai 0,025 au. Ini dapat diprediksikan bahwa jumlah nanopartikel pada sampel dengan konsentrasi HCl 0,02; 0,10 dan 0,15 ml lebih banyak jika dibandingkan dengan sampel pada konsentrasi HCl 0,05 dan 0,15 ml sehingga untuk penumbuhan selanjutnya dipilih konsentrasi HCl 0,02; 0,10 dan 0,15 ml.

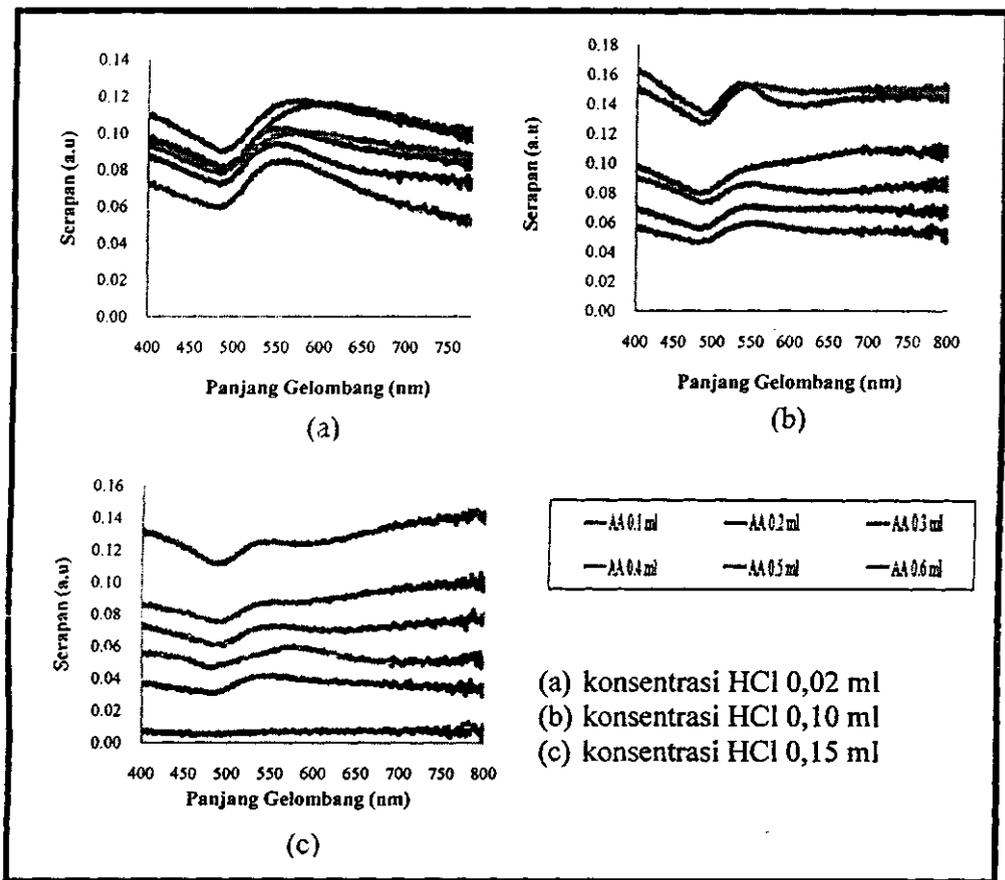
Dari pengukuran pH yang dilakukan pada larutan penumbuh dengan konsentrasi HCl 0,15 ml diperoleh bahwa pH larutan pada awal reaksi penumbuhan adalah sebesar 3. Hal ini menunjukkan bahwa dengan mediasi pembenihan, nanopartikel emas dapat ditumbuhkan pada kondisi larutan penumbuh yang bersifat asam.

2. Variasi Asam Askorbat

Pada gambar 5.5 (a), dapat dilihat bahwa sampel yang disiapkan pada berbagai konsentrasi asam askorbat dan konsentrasi HCl 0,02 ml hanya memiliki satu puncak serapan, yaitu pada panjang gelombang 550 nm. Namun, kurva serapan dari sampel yang ditumbuhkan dengan konsentrasi asam askorbat 0,3 ml; 0,4 ml dan 0,5 ml mengalami pelebaran. Fenomena ini memberikan gambaran kemungkinan bahwa pada konsentrasi tersebut, *gold nanorods* sudah mulai terbentuk meskipun masih dalam jumlah yang sedikit.

Gambar 5.5 (b) memperlihatkan bahwa nanopartikel yang ditumbuhkan pada konsentrasi HCl 0,10 ml dengan konsentrasi asam askorbat 0,5 ml dan 0,6 ml memiliki kurva serapan yang lebih tinggi dibandingkan dengan kurva serapan sampel lainnya. Kurva serapan pada sampel dengan konsentrasi asam askorbat 0,4 ml memiliki kecenderungan naik pada daerah panjang gelombang di atas 550 nm. Sedangkan dari gambar 5.5 (c) dapat dilihat bahwa kurva serapan nanopartikel yang ditumbuhkan pada konsentrasi HCl 0,15 ml dan konsentrasi asam askorbat 0,3 ml memiliki kecenderungan munculnya dua puncak serapan, yaitu pada daerah panjang gelombang 550 nm (TSPR) dan 570 nm (LSPR).

Dari penumbuhan dengan variasi konsentrasi asam askorbat, dapat diamati bahwa semakin kecil konsentrasi asam askorbat yang ditambahkan pada larutan penumbuh, maka semakin sedikit pula nanopartikel yang terbentuk, terlihat dari kurva serapannya yang rendah. Begitu juga sebaliknya, dimana sampel yang ditumbuhkan dengan konsentrasi asam askorbat yang tinggi (0,6 ml) memiliki kurva serapan yang tinggi seperti terlihat pada gambar 5.5 (b) dan (c). Hal ini diprediksikan bahwa semakin banyak konsentrasi asam askorbat yang ditambahkan pada larutan penumbuh maka akan semakin banyak pula ion emas yang tereduksi menjadi atom emas sesuai dengan persamaan (5.3) sehingga terbentuk lebih banyak nanopartikel emas.

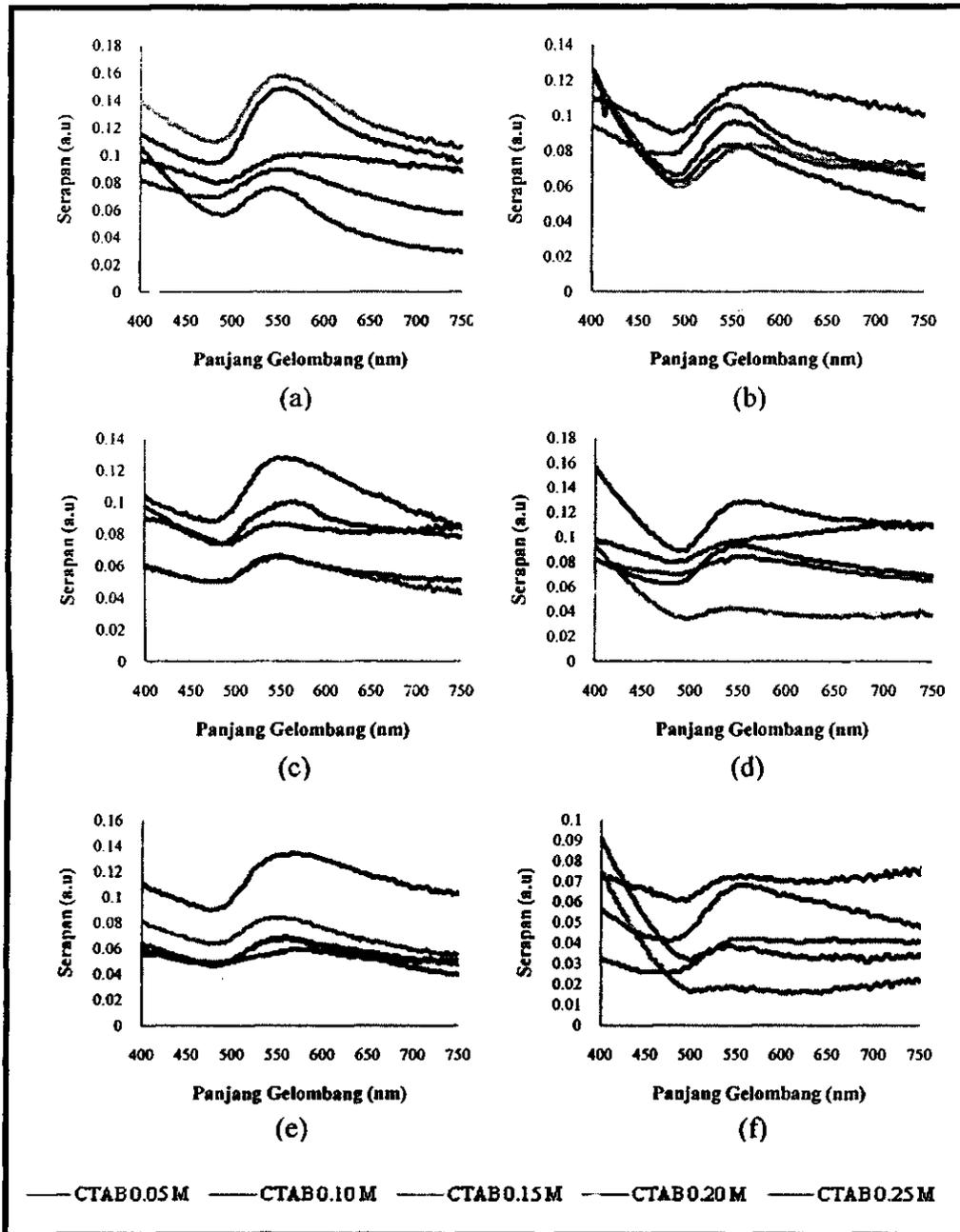


Gambar 5.5. Kurva serapan sampel yang ditumbuhkan pada berbagai konsentrasi asam askorbat

3. Variasi CTAB

Berdasarkan hasil optimum yang diperoleh pada penumbuhan nanopartikel dengan variasi HCl dan asam askorbat, maka untuk mendapatkan sampel yang lebih baik kajian efek CTAB juga dilakukan dengan enam variasi konsentrasi HCl dan asam askorbat yang optimum.

Dari gambar 5.6 dapat dilihat bahwa nanopartikel yang ditumbuhkan pada konsentrasi CTAB 0.10 M memiliki karakteristik yang sedikit berbeda dibandingkan dengan nanopartikel yang ditumbuhkan dengan konsentrasi CTAB lainnya. Nanopartikel yang ditumbuhkan dengan konsentrasi CTAB 0,10 M serapannya memiliki kecenderungan naik setelah melewati daerah panjang gelombang 550 nm. Kurva serapan yang naik pada daerah panjang gelombang di atas 540 nm merupakan indikasi terbentuknya LSPR.

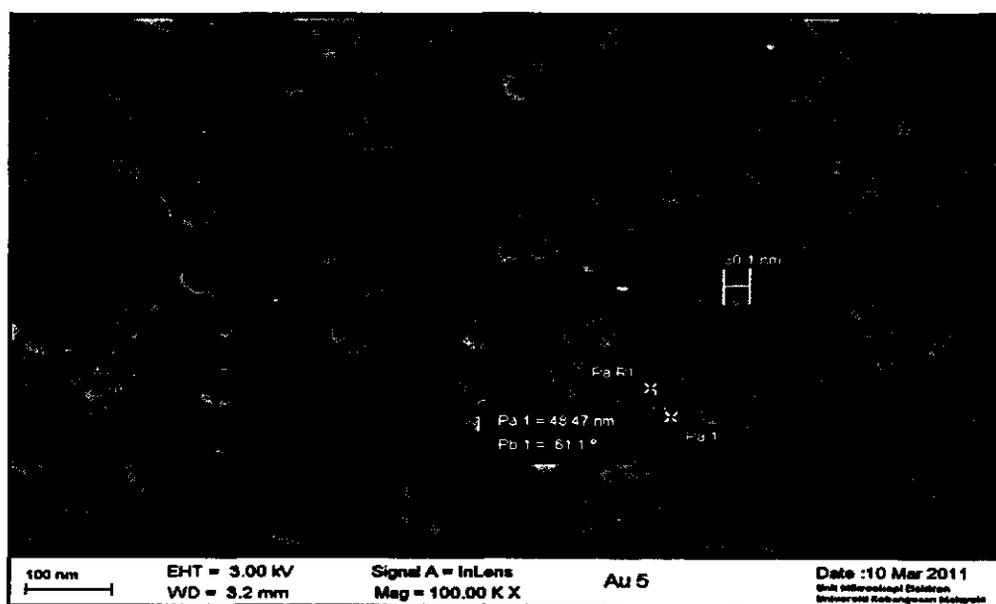


Gambar 5.6. Kurva serapan sampel yang ditumbuhkan pada berbagai konsentrasi CTAB (0,05 M; 0,10 M; 0,15 M; 0,20 M dan 0,25 M) dengan konsentrasi HCl dan asam askorbat: (a) 0,02 ml HCl dan 0,3 ml asam askorbat (b) 0,02 ml HCl dan 0,4 ml asam askorbat (c) 0,10 ml HCl dan 0,3 ml asam askorbat (d) 0,10 ml HCl dan 0,4 ml asam askorbat (e) 0,15 ml HCl dan 0,3 ml asam askorbat serta (f) 0,15 ml HCl dan 0,4 ml asam askorbat

Gambar 5.6. menginformasikan bahwa konsentrasi CTAB berperan penting dalam pembentukan *gold nanorods*. Ketika konsentrasi CTAB yang ditumbuhkan pada larutan penumbuh dibawah 0,10 M, nanopartikel emas tumbuh secara radial. Jadi, sebagai agen

pembungkus yang malapisi permukaan atom emas ketika proses penumbuhan, CTAB berperan penting dalam mengontrol proses pemanjangan *gold nanorods*. Pada saat CTAB yang ditambahkan ke dalam larutan penumbuh memiliki konsentrasi yang rendah (di bawah 0,10 M), kemungkinan permukaan atom emas tidak terlapisi secara sempurna sehingga atom-atom emas pada larutan sumber lebih mudah tertarik ke semua sisi benih atom emas, sehingga terjadi penumbuhan nanopartikel dalam semua arah. Ketika konsentrasi CTAB dinaikkan, ada kemungkinan bahwa benih atom yang direndam pada larutan penumbuh terkapsul secara sempurna, sehingga selama proses penumbuhan, hanya bidang yang memiliki energi permukaan lebih besar yang mampu menarik atom-atom emas pada larutan sumber. Dengan demikian, selama proses penumbuhan, bidang permukaan yang memiliki energi permukaan lebih besar akan lebih cepat memanjang dibandingkan dengan bidang permukaan yang lainnya sehingga terbentuklah *gold nanorods* yang tumbuh dalam arah salah satu bidang permukaan. Penambahan konsentrasi CTAB akan menyebabkan permukaan atom emas pada larutan penumbuh tertutupi oleh ion CTA^+ , sehingga penambahan konsentrasi CTAB yang terlalu besar akan menghalangi atom-atom emas dari larutan sumber tertarik ke benih atom emas sehingga menghambat proses pertumbuhan..

Gambar 5.7 menunjukkan bentuk nanopartikel emas yang telah ditumbuhkan pada kondisi optimum nanopartikel yang ditumbuhkan pada konsentrasi HCl 0,15 ml; konsentrasi asam askorbat 0,3 ml dan konsentrasi CTAB 0,10 M. ini dari hasil karakterisasi SEM.

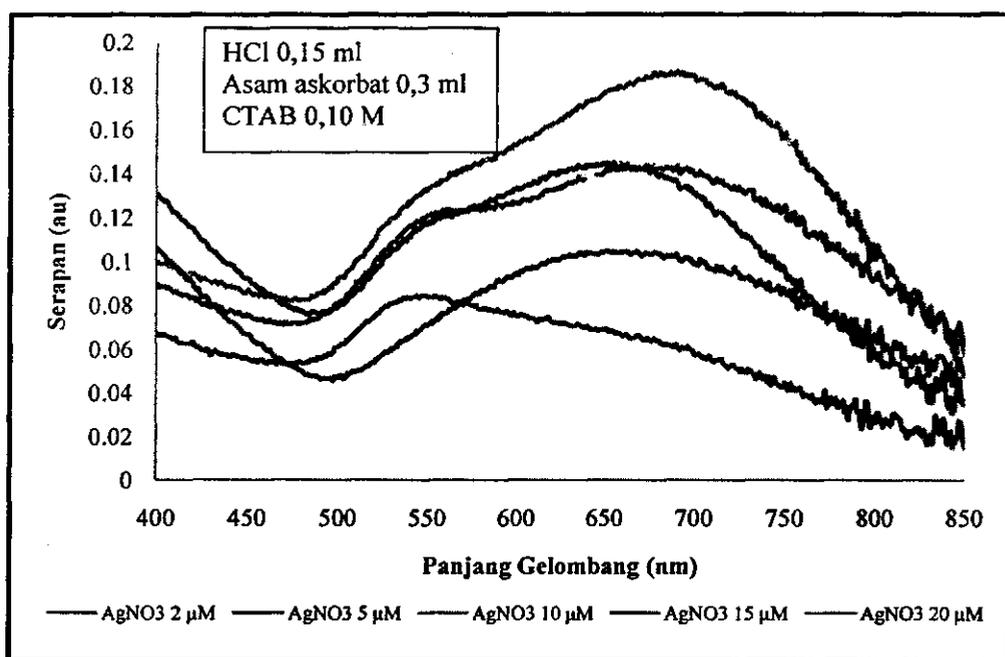


Gambar 5.7. Bentuk nanopartikel emas yang ditumbuhkan pada kondisi HCl, asam askorbat dan CTAB maksimum

Dari gambar 5.7. dapat dilihat bahwa nanopartikel emas yang terbentuk sebagian besar masih berbentuk spheris dengan diameter 30 nm. Namun, bentuk *nanorods* sudah mulai muncul meskipun jumlahnya masih sangat sedikit. *Gold nanorods* yang terbentuk memiliki diameter sekitar 30,1 nm dan panjang 48,47 nm, sehingga dapat dihitung nilai aspek rasionya dengan menggunakan persamaan (5.3) dan diperoleh nilai aspek rasio sebesar 1,6.

4. Pengaruh Penambahan AgNO_3 Terhadap Penumbuhan *Gold Nanorods*

Kurva serapan nanopartikel yang ditumbuhkan pada kondisi HCl, asam askorbat dan CTAB yang optimum serta dengan penambahan AgNO_3 yang divariasikan konsentrasinya diperlihatkan pada gambar 5.8.

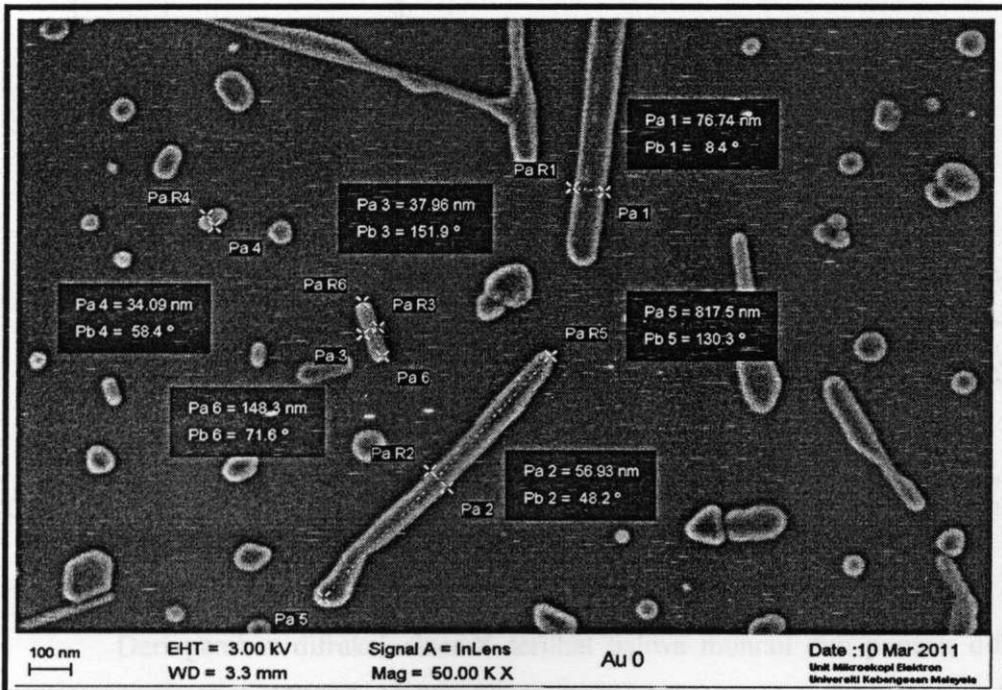


Gambar 5.8. Kurva serapan sampel yang ditumbuhkan pada berbagai konsentrasi AgNO_3

Gambar 5.8 memperlihatkan bahwa dengan penambahan AgNO_3 , selain kurva serapan TSPR pada daerah panjang gelombang 550 nm juga muncul kurva serapan LSPR pada daerah panjang gelombang 650 nm – 700 nm tergantung dari konsentrasi AgNO_3 yang ditambahkan dalam larutan penumbuh. Namun, fenomena ini tidak berlaku untuk nanopartikel yang ditumbuhkan dengan penambahan AgNO_3 paling sedikit ($2 \mu\text{M}$) dimana puncak kurva serapannya hanya muncul pada daerah panjang gelombang 550 nm. Hal ini terjadi diperkirakan karena konsentrasi AgNO_3 yang ditambahkan sangat sedikit sekali sehingga tidak mempengaruhi dalam proses pertumbuhan *nanorods*. Kurva serapan tertinggi

terjadi pada nanopartikel yang ditumbuhkan dengan konsentrasi AgNO_3 $10 \mu\text{M}$ dengan nilai serapan pada daerah TSPR 0.1331 au dan pada daerah LSPR sebesar 0,2 au. Dari gambar tersebut juga dapat dilihat bahwa pada nanopartikel yang telah ditumbuhkan dengan konsentrasi AgNO_3 $10 \mu\text{M}$ memiliki daerah serapan TSPR paling besar (yaitu pada panjang gelombang 700 nm) dibandingkan dengan sampel lainnya. Dengan demikian, konsentrasi AgNO_3 yang optimum dalam penumbuhan *gold nanorods* adalah $10 \mu\text{M}$.

Penambahan AgNO_3 memiliki pengaruh yang signifikan dalam pembentukan *gold nanorods* selama proses penumbuhan (terlihat dari kurva serapan sampel yang ditumbuhkan dengan penambahan AgNO_3 rata-rata memiliki dua puncak serapan). Hal ini diperkirakan bahwa dengan penambahan AgNO_3 ke dalam larutan penumbuh yang terdiri dari CTAB, selama proses penumbuhan kation dari AgNO_3 dan anion dari CTAB bersatu membentuk senyawa AgBr . Menurut hipotesis, kehadiran senyawa AgBr dalam larutan penumbuh akan mengabsorpsi lapisan pada permukaan partikel emas sehingga terbentuk *gold nanorods* (Garg et al, 2010). Bentuk nanopartikel emas yang telah ditumbuhkan dengan penambahan AgNO_3 dengan konsentrasi $10 \mu\text{M}$ dari hasil karakterisasi dengan SEM diperlihatkan pada gambar 5.9.

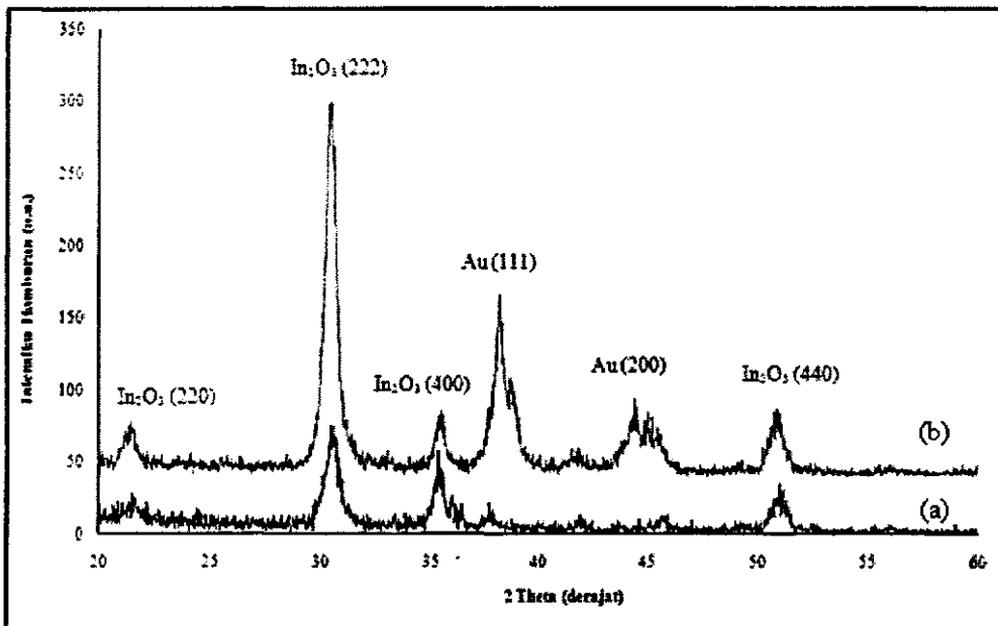


Gambar 5.9. Bentuk nanopartikel emas yang ditumbuhkan dengan penambahan AgNO_3

Dari hasil foto SEM (gambar 5.9) dapat dilihat bahwa sampel yang telah ditumbuhkan dengan penambahan AgNO_3 memiliki konsentrasi *rods* yang lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang ditumbuhkan tanpa penambahan AgNO_3 (gambar 4.4), meskipun ukuran diameter dan panjang *gold nanorods*nya belum seragam. Dari gambar tersebut, dapat diketahui bahwa *gold nanorods* yang terbentuk memiliki nilai aspek rasio yang berkisar dari 1,1 – 5,6.

Dari gambar 5.9. juga dapat diamati bahwa ada beberapa *gold nanorods* yang terbentuk memiliki bentuk *rods* yang tidak sempurna. Hal ini diperkirakan akibat efek *Ostwald ripening*, dimana selama waktu penumbuhan 2 jam pada larutan penumbuh konsentrasi ion-ion pembentuk *gold nanorods* mengalami pengurangan sehingga atom-atom yang telah membentuk *gold nanorods* meluruh kembali ke dalam larutan penumbuh.

Untuk memastikan bahwa nanopartikel yang telah tumbuh merupakan nanopartikel emas, diperlihatkan hasil karakterisasi difraksi sinar-X yang di analisa dengan menggunakan aplikasi *Eva Diffrac Plus Evaluation* versi 10.00.3 seperti pada gambar 5.10.

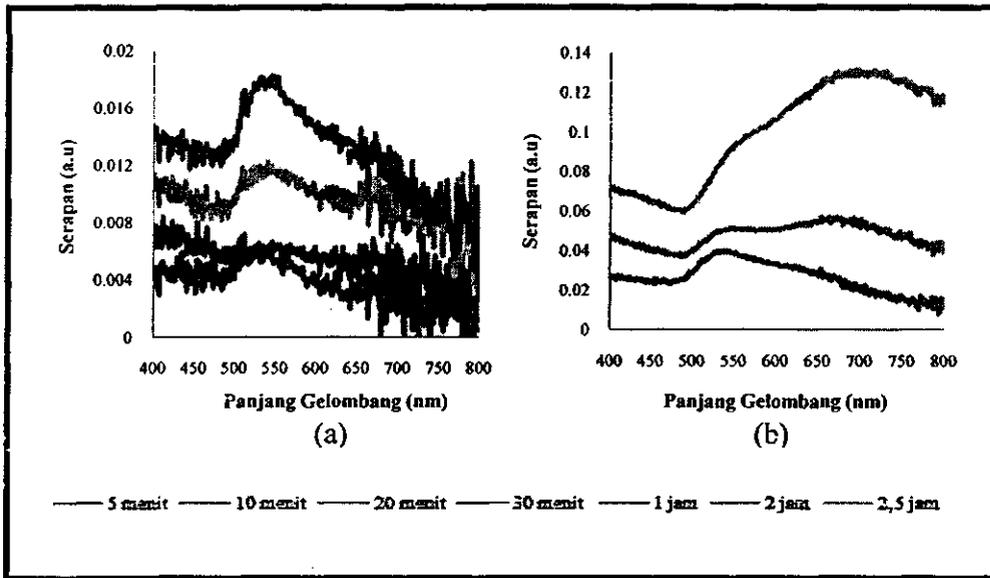


Gambar 5.10. Hasil karakterisasi difraksi sinar-X (a) Substrat kosong dan (b) nanopartikel emas yang ditumbuhkan di atas substrat

Dari gambar difraksi sinar-X terlihat bahwa muncul dua puncak difraksi untuk unsur emas (nomor JCPDS 00-004-0784) yang terjadi pada sudut $38,185^\circ$ dan $44,393^\circ$ dengan bidang orientasi kristal (111) dan (200).

5. Pertumbuhan *Gold Nanorods*

Hasil karakterisasi spektroskopi UV-Vis terhadap sampel dengan variasi waktu penumbuhan diperlihatkan pada gambar 5.11.

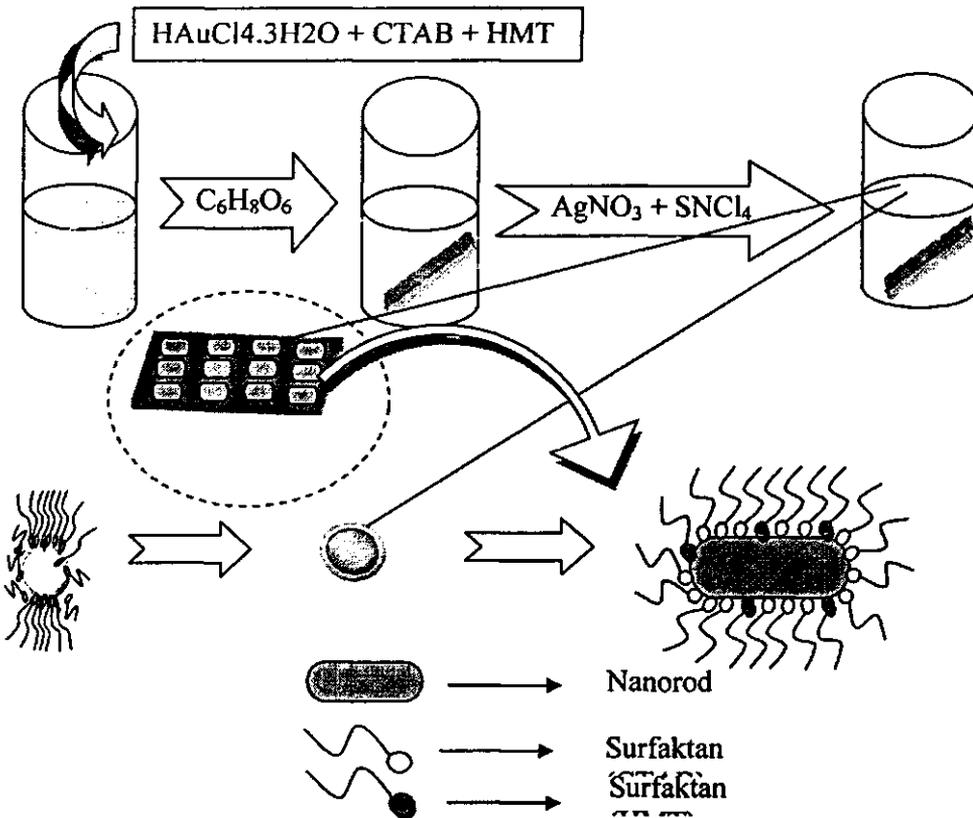


Gambar 5.11 Kurva serapan sampel yang ditumbuhkan dengan berbagai variasi waktu penumbuhan (a) penumbuhan dalam waktu 5 menit, 10 menit, 20 menit dan 30 menit (b) penumbuhan dalam waktu 1 jam, 2 jam dan 2,5 jam

Dari kurva serapan nanopartikel yang ditumbuhkan dengan berbagai variasi waktu penumbuhan (gambar 5.11), dapat dilihat bahwa semakin lama waktu penumbuhan, kurva serapannya semakin tinggi. Ini berarti jumlah nanopartikel yang terbentuk juga semakin bertambah seiring dengan bertambahnya waktu penumbuhan. Untuk waktu penumbuhan dari 5 menit sampai 1 jam, nanopartikel emas yang terbentuk sebagian besar berupa spheris, dilihat dari kurva serapannya yang hanya memiliki satu puncak serapan yang dominan, yaitu pada daerah panjang gelombang 550 nm. namun, jika diamati lebih teliti, pada daerah panjang gelombang sekitar 660 nm juga terbentuk puncak serapan, meskipun hanya sedikit sekali. *Gold nanorods* mulai jelas terbentuk saat waktu penumbuhan dibiarkan berlangsung selama 2 jam dan dari hasil karakterisasi UV-Vis menunjukkan bahwa sampel yang ditumbuhkan dengan waktu penumbuhan selama 2,5 jam memiliki kurva serapan tertinggi dibandingkan dengan sampel lainnya. Namun, waktu penumbuhan juga tidak boleh dibiarkan terlalu lama karena saat larutan penumbuh kehabisan ion-ion pembentuk *gold nanorods*, maka akan terjadi efek *Ostwald annealing* sehingga bentuk *rods*nya menjadi tidak sempurna.

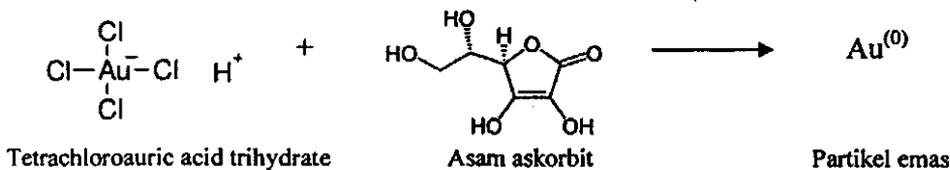
5.3. Penumbuhan dan Karakterisasi Nanopartikel gold nanorods melalui metode penumbuhan dengan mediasi pembenihan (*seed-mediated growth*) dengan surfaktan biner (CTAB dan HMT)

Proses penumbuhan nanorod emas terdiri dari larutan tetrachloroauric acid trihydrate (0.01 M, 0.5 ml), CTAB (divariasikan), HMT (divariasikan), asam askorbit (0.1 M, 0.3 ml), AgNO₃ (divariasikan) dan SnCl₄ (divariasikan). Proses ini harus didahului dengan pembenihan terlebih dahulu karena tanpa pembenihan nanopartikel tidak bisa ditumbuhkan. Proses penumbuhan pada larutan penumbuh diperlihatkan pada gambar 5.12.

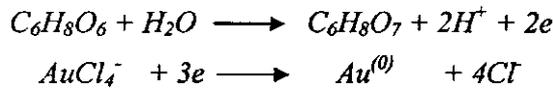


Gambar 5.12. Mekanisme Penumbuhan Pada Permukaan ITO

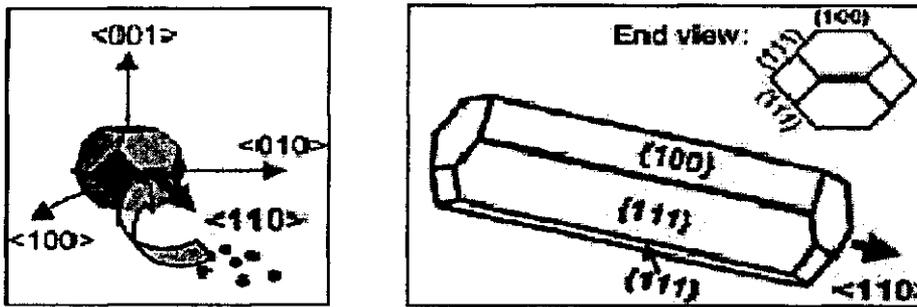
Dalam pembuatan nanopartikel dengan metode pembenihan reaksi reduksi di dalam larutan terhadap AuCl₄⁻ sangat penting. Dalam larutan penumbuhan AuCl₄⁻ direduksi oleh askorbik acid. Reaksinya sebagai berikut.



Dalam setengah reaksi dapat ditulis



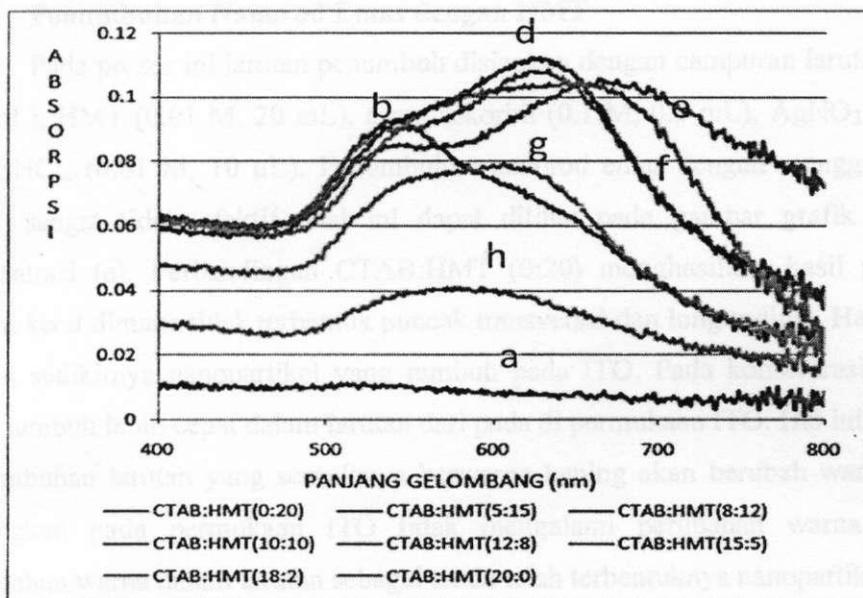
Pada setengah reaksi diatas bahwa 3 mol asam askorbik mereduksi 2 mol $AuCl_4^-$ yang mereduksi Au^{3+} menjadi $Au^{(0)}$. Partikel emas ($Au^{(0)}$) kemudian dibungkus oleh surfaktan CTAB dan HMT. Partikel yang terbungkus akan tumbuh melekat pada benih partikel emas dipermukaan ITO. Melekatnya partikel emas pada benih emas disebabkan adanya ion sitrat yang berada disekeliling benih emas yang bermuatan negative. Karena ion sitrat bermuatan negative dan surfaktan CTAB bermuatan positif (CTA^+) maka partikel emas yang dibungkus CTAB akan tertarik menuju benih emas pada permukaan ITO oleh ion sitrat. Selain itu terbentuknya nanorod emas juga dipengaruhi oleh energi permukaan kristal dengan bidang (100), (110) dan (111). Pada benih partikel bentuk yang sebenarnya bukan bulat sempurna melainkan berbentuk decahedron (Murphy, 2004) diperlihatkan pada gambar 5.13.



Gambar 5.13. Bidang Permukaan Emas. (A) Benih Emas (Au Seed) dan (B) Nanorod Emas. (Niti et al, 2010)

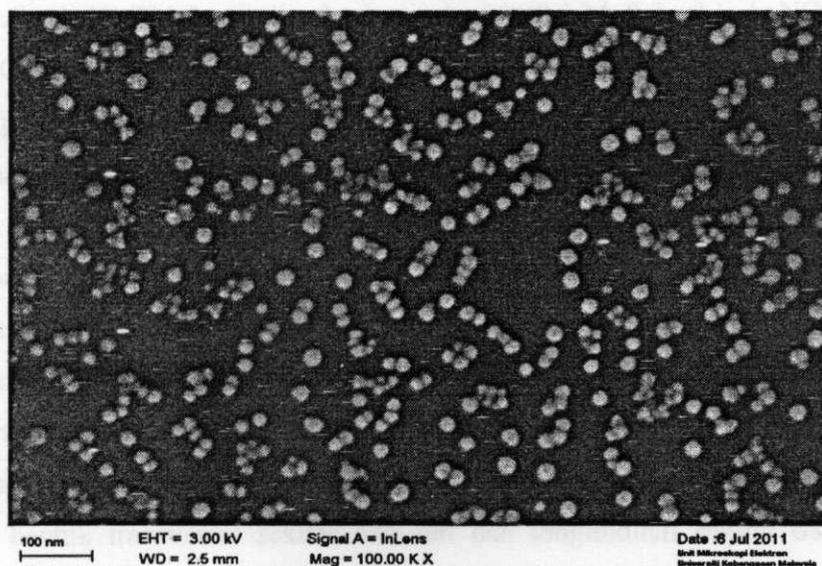
1. Penumbuhan Dengan CTAB

Pembuatan nanopartikel melalui metode kimia basah tidak lepas dari peranan CTAB sebagai agen pembungkus (capping agent) ataupun sebagai stabilisator. Pada penelitian ini CTAB yang digunakan adalah 0.01 mM dengan berbagai variasi volum. Penelitian ini juga menggunakan surfaktan biner yaitu mencampurkan CTAB dengan HMT. Perlu diketahui bahwa variasi larutan hanya dilakukan pada larutan penumbuh, sedangkan larutan pembenih dibuat sama. Penumbuhan dengan CTAB dilakukan dengan mereaksikan larutan emas (0.01 M, 0.5 mL), CTAB (0.01 M, 20 mL), asam askorbit (0.1 M, 0.3 mL), $AgNO_3$ (0.01 M, 40 μ L) dan $SNCl_4$ (0.01 M, 10 μ L). Hasil dari reaksi tersebut pada karakteristik UV-Vis diperlihatkan pada grafik 15h.



Gambar 5.14. Grafik hasil Spektrofotometri Uv-Vis. a = CTAB:HMT (0:20), b = CTAB:HMT (5:15), c = CTAB:HMT (8:12), d = CTAB:HMT (10:10), e = CTAB:HMT (12:8), f = CTAB:HMT (15:5), g = CTAB:HMT (18:2),

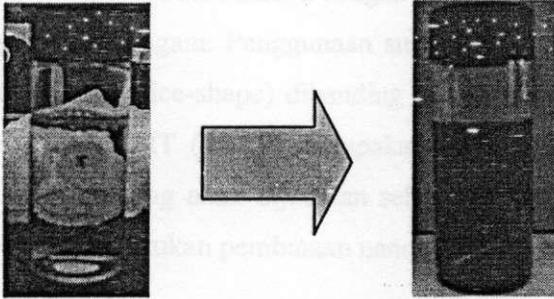
Grafik hasil Uv-Vis diatas menjelaskan tingkat absorpsi dari partikel emas yang tumbuh pada ITO sesuai panjang gelombang tertentu. Konsentrasi (h) dengan perbandingan CTAB:HMT (20:0) artinya penumbuhan hanya menggunakan surfaktan CTAB. Terlihat pada grafik hasil Uvi-Vis puncak grafik hanya satu maka dapat disimpulkan pada permukaan ITO tumbuh nanopartikel yang berbentuk sferikal. Hasil ini diperjelas dengan hasil SEM dengan pembesaran 100.000X pada gambar 5.15.



Gambar 5.15. Hasil SEM dari sampel dengan CTAB 0,01 M, 20 ml

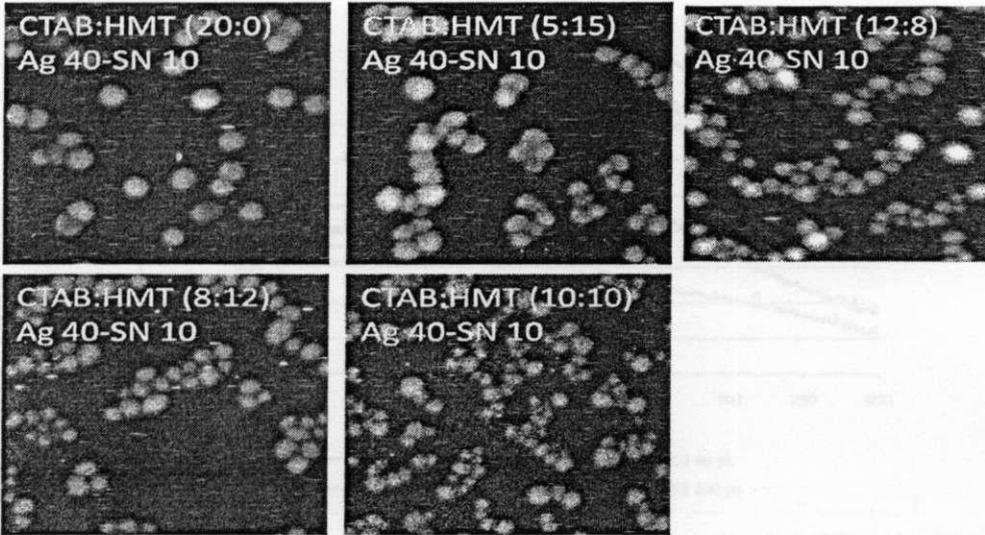
2. Penumbuhan Nanorod Emas dengan HMT

Pada proses ini larutan penumbuh disiapkan dengan campuran larutan emas (0.01 M, 0.5 mL), HMT (0.01 M, 20 mL), asam askorbit (0.1 M, 0.3 mL), AgNO_3 (0.01 M, 40 μL) dan SNCl_4 (0.01 M, 10 μL). Penumbuhan nanorod emas dengan menggunakan surfaktan HMT sangat tidak efektif. Hal ini dapat dilihat pada gambar grafik 4.5 diatas pada konsentrasi (a). Perbandingan CTAB:HMT (0:20) menghasilkan hasil penyerapan yang sangat kecil dimana tidak terbentuk puncak transversal dan longitudinal. Hal ini menandakan sangat sedikitnya nanopartikel yang tumbuh pada ITO. Pada konsentrasi ini nanopartikel akan tumbuh lebih cepat dalam larutan dari pada di permukaan ITO. Hal ini terlihat pada saat penumbuhan larutan yang semulanya berwarna bening akan berubah warna menjadi ungu sedangkan pada permukaan ITO tidak mengalami perubahan warna (gambar 5.16). Perubahan warna dalam larutan sebagai tanda telah terbentuknya nanopartikel dalam larutan.



Gambar 5.16. Perubahan Warna Dalam Larutan Penumbuh Dengan Surfaktan HMT. Partikel Tumbuh Dalam Larutan.

Penumbuhan ini dilakukan dengan pencampuran larutan emas (0.01 M, 0.5 mL), CTAB (divariasikan), HMT (divariasikan), asam askorbit (0.1 M, 0.3 mL), AgNO_3 (0.01 M, 40 μL) dan SNCl_4 (0.01 M, 10 μL). Pada perbandingan konsentrasi dari a-d terjadi peningkatan penyerapan terhadap cahaya tampak yang signifikan sedangkan pada konsentrasi e-f terjadi penurunan serapan terhadap cahaya tampak. Serapan yang tertinggi terjadi pada konsentrasi dengan perbandingan (10:10) yang memberikan penafsiran tumbuhnya nanopartikel yang lebih seragam dan memiliki kepadatan yang lebih padat dibanding konsentrasi yang lain. Konsentrasi (d) memiliki bentuk serapan yang hampir sama dengan konsentrasi (c) namun serapannya lebih kecil dari konsentrasi (d). Kedua konsentrasi ini juga memiliki bentuk transversal sekitar 530 nm dan bentuk longitudinal sekitar 630 nm. Konsentrasi lainnya yang menyerap cahaya tampak pada panjang gelombang yang lebih besar adalah konsentrasi (e) dengan bentuk transversal sekitar 530 nm dan longitudinal sekitar 680 nm bentuk ini menghasilkan nanopartikel yang tidak seragam.



Gambar 5.17. Hasil SEM dari sampel dengan variasi perbandingan CTAB:HMT

Hasil di atas memperlihatkan bahwa dengan menggunakan surfaktan biner hasil yang didapat lebih banyak dan seragam. Penggunaan surfaktan biner juga menghasilkan bentuk quasi nanorod satu dimensi (rice-shape) dibanding hanya menggunakan CTAB atau HMT. Jadi perbandingan CTAB:HMT (10:10) merupakan hasil maksimum pada penelitian ini, sehingga perbandingan ini yang akan dijadikan sebagai standar penumbuhan emas bentuk padi (rice-shape) selama melakukan pembuatan nanopartikel.

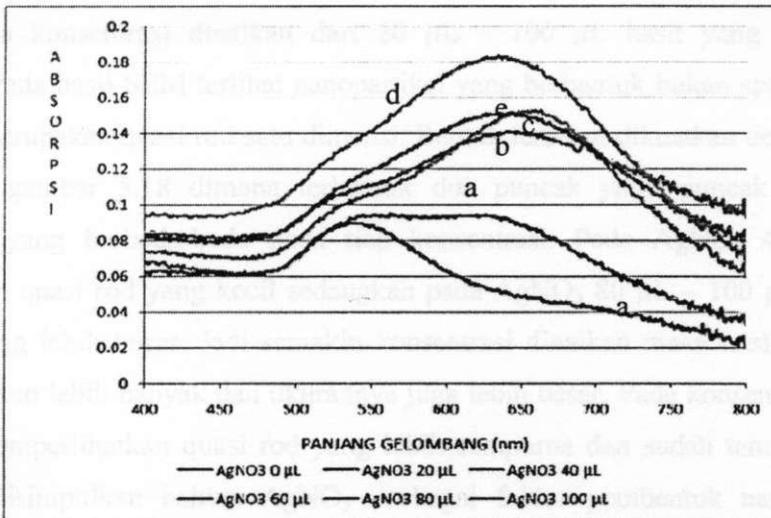
3. Penumbuhan Tanpa AgNO_3

Hasil dari penelitian awal menjelaskan bahwa AgNO_3 sebagai faktor pembentuk nanorod (Murphy et al, 2004). Dalam penelitian ini juga didapatkan bahwa penumbuhan tanpa menggunakan AgNO_3 menghasilkan nanopartikel emas yang berbentuk sferikal bukan nanorod. Hal ini terlihat pada grafik spektrofotometri (gambar 5.18).

Grafik (a) menggunakan AgNO_3 0 μL ternyata menghasilkan grafik dengan satu puncak sekitar 550 nm. Ciri grafik dengan satu puncak ini merupakan bentuk sferikal dari nanopartikel emas. Jadi penumbuhan tanpa AgNO_3 tidak dapat menghasilkan nanopartikel yang berbentuk rod (rice-shape). Proses penumbuhan ini dilakukan dengan pencampuran larutan emas (0.01 M, 0.5 mL), CTAB (0.01 M, 10 ml), HMT (0.01 M, 10 ml), asam askorbit (0.1 M, 0.3 mL), dan SNCl_4 (0.01 M, 10 μL).



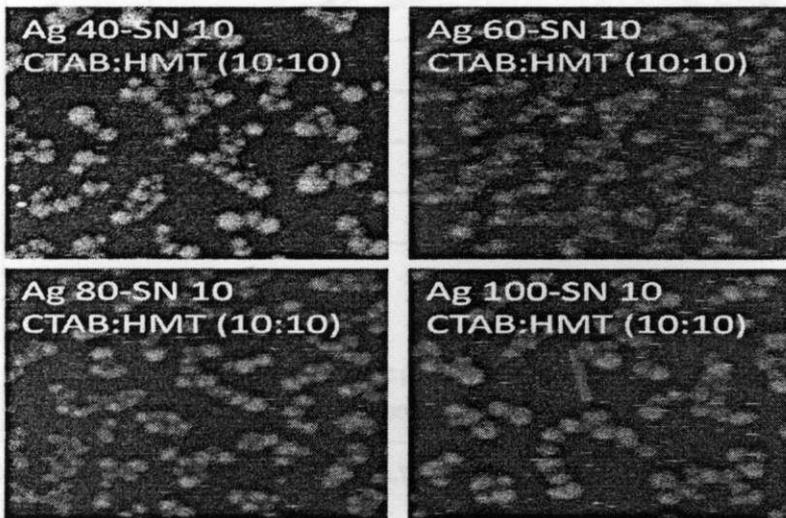
Gambar 5.18. Hasil SEM dari sampel dengan variasi AgNO_3



Gambar 5.18. grafik hasil UV-Vis variasi konsentrasi AgNO_3 1mM. (a) AgNO_3 0 μL , (b) AgNO_3 20 μL , (c) AgNO_3 40 μL , (d) AgNO_3 60 μL , (e) AgNO_3 80 μL , (f) AgNO_3 100 μL

4. Penumbuhan Dengan AgNO_3

Pada proses ini larutan penumbuh berisi larutan emas (0.01 M, 0.5 mL), CTAB (0.01 M, 10 ml), HMT (0.01 M, 10 ml), asam askorbit (0.1 M, 0.3 mL), AgNO_3 (divariasikan) dan SNCl_4 (0.01 M, 10 μL). Dari hasil UV-Vis dari variasi konsentrasi AgNO_3 tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi (b-f) pada grafik memperlihatkan bentuk dari nanorod, dengan terbentuknya dua puncak transversal dan longitudinal. Peningkatan konsentrasi (b-f) AgNO_3 menghasilkan peningkatan penumbuhan nanopartikel, terlihat puncak tertinggi pada konsentrasi AgNO_3 100 μL . Untuk lebih jelas hasil penumbuhan pada permukaan ITO dapat dilihat pada hasil SEM dibawah ini.

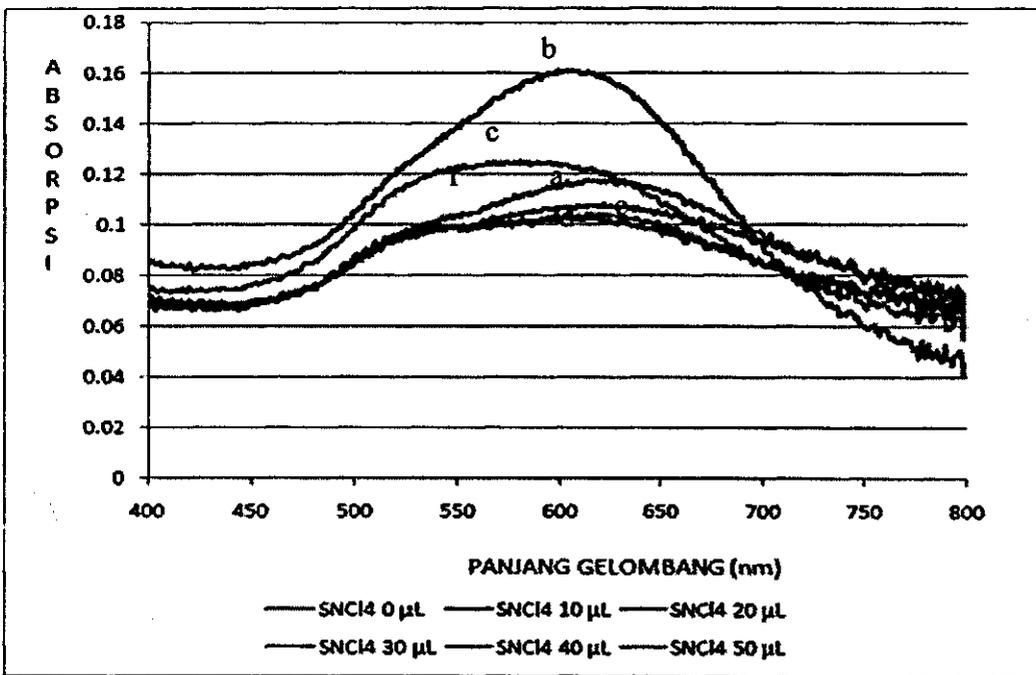


Gambar 5.19. Hasil SEM dari sampel dengan variasi AgNO_3

Ketika konsentrasi dinaikan dari 20 μL – 100 μL hasil yang didapatkan juga meningkat. Pada hasil SEM terlihat nanopartikel yang berbentuk bukan sferikal akan tetapi bentuknya merupakan quasi rod satu dimensi. Bentuk tersebut dikuatkan dengan bentuk dari grafik pada gambar 5.18 dimana terbentuk dua puncak yaitu puncak transversal dan longitudinal yang berbeda-beda pada tiap konsentrasi. Pada AgNO_3 40 μL - 60 μL menghasilkan quasi rod yang kecil sedangkan pada AgNO_3 80 μL – 100 μL menghasilkan quasi rod yang lebih besar. Jadi semakin konsentrasi dinaikan maka hasil quasi rod yang didapatkan akan lebih banyak dan ukurannya juga lebih besar. Pada konsentrasi AgNO_3 100 μL sudah memperlihatkan quasi rod yang lebih sempurna dan sudah tampak nanorodnya. Jadi dapat disimpulkan bahwa AgNO_3 sebagai faktor pembentuk nanorod dan pada penelitian ini AgNO_3 mencapai maksimum diambil pada konsentrasi 0.01 M, 100 μL , akan tetapi kemungkinan masih dapat ditingkatkan lagi konsentrasinya.

5. Penumbuhan Tanpa SNCl_4

Penumbuhan ini menggunakan larutan perbandingan CTAB dan HMT maksimum serta AgNO_3 maksimum tanpa menggunakan SNCl_4 . Hasil karakterisasi UV-Vis pada proses penumbuhan ini diperlihatkan pada gambar 5.20.

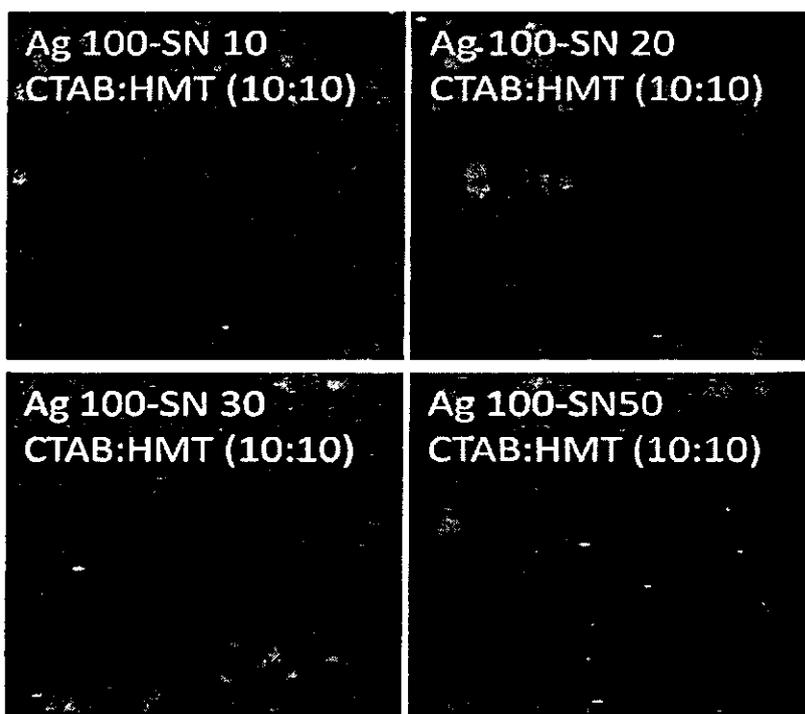


Gambar 5.20. Grafik Hasil UV-Vis variasi SNCl_4 . (a) 0 μL , (b) 10 μL , (c) 20 μL , (d) 30 μL , (e) 40 μL , (f) 50 μL .

Variasi SNCl_4 dilakukan untuk mencari pengaruhnya dalam pembentukan nanorod pada permukaan substrat. Beberapa variasi yang dibuat adalah 0 μL , 10 μL , 20 μL , 30 μL , 40 μL , 50 μL seperti pada gambar 5.19. Pada grafik diatas terlihat pada konsentrasi (a) bentuk grafik memiliki dua puncak begitu juga pada konsentrasi (b-f). Walaupun penumbuhan tanpa SNCl_4 juga memperoleh ciri grafik nanorod namun penyerapannya masih rendah maka perlu dilakukan penambahan SNCl_4 pada penumbuhan quasi rod emas.

6. Penumbuhan Dengan SNCl_4

Pada gambar 5.21 peningkatan konsentrasi SNCl_4 mendapatkan hasil grafik yang semakin menurun. Hal ini menandakan hasil yang terdapat pada permukaan substrat juga menurun. Namun pada konsentrasi (b) mendapatkan hasil yang maksimum dengan puncak transversal sekitar 530 nm dan puncak longitudinal sekitar 600 nm. Jadi penelitian ini mendapatkan konsentrasi SNCl_4 maksimum pada SNCl_4 (0,1 M, 10 μL). Untuk lebih jelasnya perhatikan hasil SEM dibawah ini.



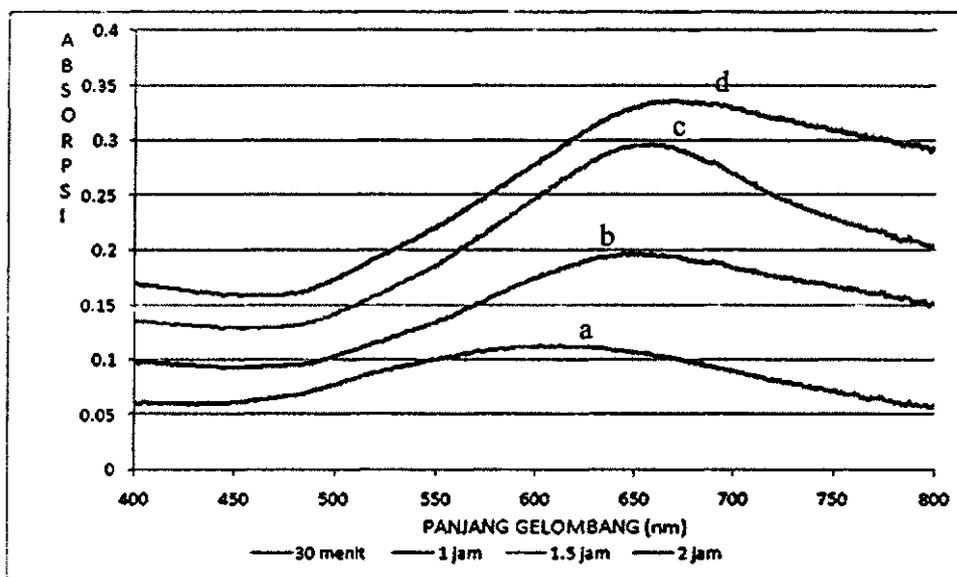
Gambar 5.21. Hasil SEM Variasi SNCl_4

Hasil SEM diatas memperlihatkan bentuk quasi rod yang membentuk rantai dan bukan merupakan bentuk sperikal karena bentuk sperikal tidak memiliki grafik dengan dua puncak. Pada gambar 5.21 terlihat bahwa jika konsentrasi SNCl_4 ditingkatkan maka hasil yang didapat adalah ukurannya semakin kecil dengan jumlah yang semakin sedikit yang

mengakibatkan penyerapan pada UV-Vis semakin kecil. Hasil yang maksimum diperlihatkan adalah pada konsentrasi SnCl_4 mencapai $10 \mu\text{L}$ maka konsentrasi ini yang dipakai dalam penumbuhan quasi rod satu dimensi pada penelitian ini.

7. Variasi Waktu Penumbuhan

Hasil dari UV-Vis variasi waktu penumbuhan dapat dilihat pada grafik dibawah ini.

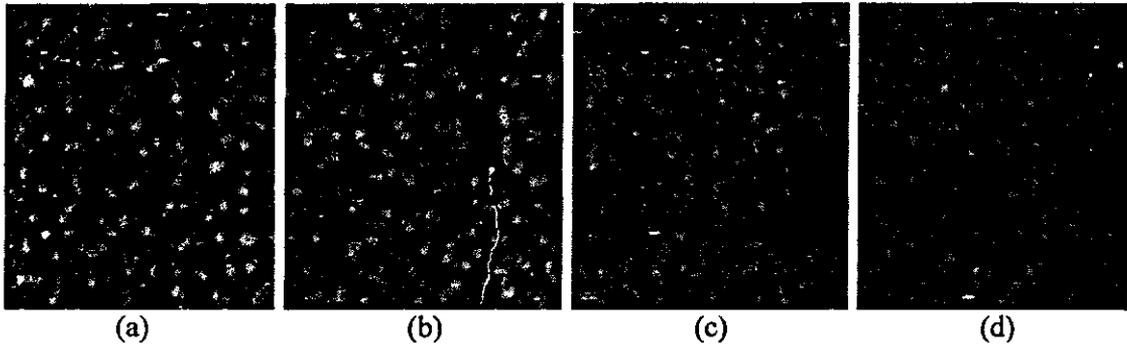


Gambar 5.22. Grafik Hasil UV-Vis Variasi Waktu Penumbuhan.
(a) 30 menit, (b) 1 jam, (c) 1,5 jam, (d) 2 jam

Grafik diatas memperlihatkan hasil yang signifikan ketika waktu penumbuhan dinaikan. Pada konsentrasi (grafik a) dapat disimpulkan bahwa nanopartikel yang tumbuh sangat sedikit dengan tingkat kepadatan yang kurang. Puncak longitudinal juga semakin besar pada panjang gelombang tiap waktu penumbuhan. Akan tetapi puncak transversalnya hampir sama pada 550 nm dan kedua puncak memiliki batas pisah yang jelas ketika waktu penumbuhannya semakin lama. Hasil diatas juga menjelaskan bahwa semakin lama waktu penumbuhan mencapai 2 jam hasil yang diperoleh akan lebih seragam dengan densitas partikel yang padat.

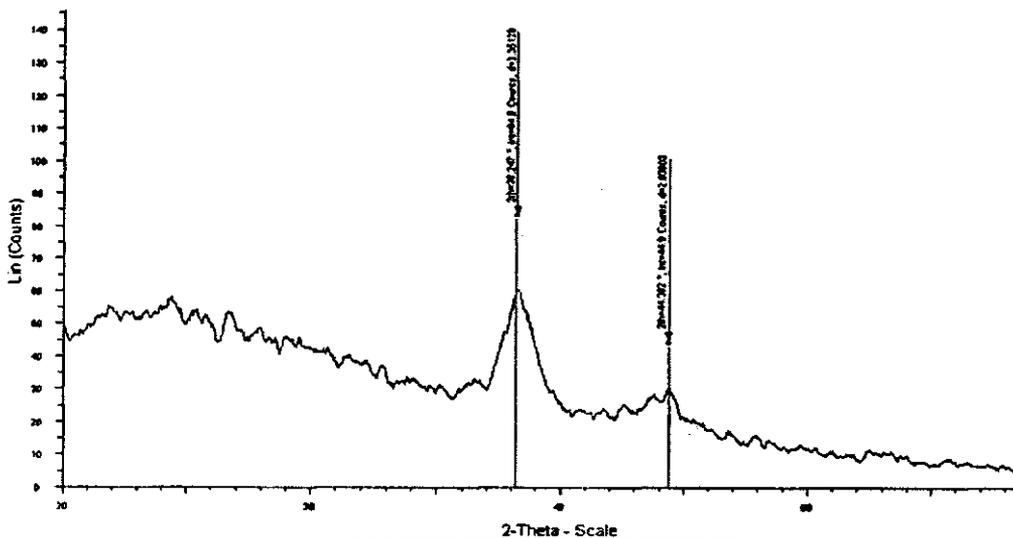
Hasil SEM (gambar 5.23) menjelaskan bahwa semakin lama waktu penumbuhan dilakukan maka banyak quasi rod yang tumbuh pada permukaan substrat dengan densitas yang semakin padat dan ukuran yang rata-rata seragam. Pada waktu 30 menit sampai 1 jam quasi rod belum banyak yang tumbuh pada permukaan substrat namun setelah 1,5 – 2 jam quasi rod sudah banyak yang tumbuh. Terlihat juga bahwa pada 1,5 – 2 jam quasi rod yang

tumbuh ukurannya sudah seragam dan dengan densitas yang cukup tinggi. Dengan melakukan variasi waktu penumbuhan yang dilakukan dengan cara ini waktu penumbuhan dapat dilakukan selama berjam-jam melebihi 2 jam karena setiap 30 menit dilakukan pembaharuan larutan penumbuh akan tetapi kemungkinan hasil quasi rodnya akan sama dengan hasil yang ditunjukkan pada waktu 2 jam, jadi waktu 2 jam merupakan waktu yang maksimum sebagai waktu penumbuhan pada penelitian ini.



Gambar 5.23. Hasil SEM Variasi Waktu Penumbuhan (a) 30 menit, (b) 1 jam, (c) 1,5 jam, (d) 2 jam

Pada gambar 5.24. memperlihatkan hasil XRD pada sudut 20° - 60° dari quasi rod satu dimensi emas yang ditumbuhkan pada permukaan substrat. Pada hasil XRD tersebut didapatkan dua puncak yaitu pada sudut 2θ ($38,247^{\circ}$ dan $44,392^{\circ}$). Dari data tersebut memberikan informasi bahwa nanopartikel yang tumbuh pada ITO merupakan partikel emas dengan bentuk kristal face-centered cubic (FCC) dengan nilai hkl [111] dan [200].



Gambar 5.24. Hasil XRD Quasi Rod Satu Dimensi Emas

Hasil XRD diatas merupakan hasil dari senyawa emas, hal ini dapat dilihat pada data hasil JCPDS. Dari data tersebut memberikan informasi bahwa nanopartikel yang tumbuh merupakan partikel emas dengan bentuk kristal face-centered cubic (FCC) dengan nilai hkl [111] dan [200] pada nilai 2θ di atas.

Hasil karakterisasi XRD dari sampel nanorod emas pada stainless steel diperlihatkan gambar di bawah ini. Sampel tersebut ditumbuhkan dengan menggunakan metode penumbuhan dengan mediasi pbenihan dengan menggunakan surfaktan biner (CTAB dan HMT) seperti yang dijelaskan secara detail di atas.

5.5. Penumbuhan dan Karakterisasi Nanopartikel Palladium dan Platinum melalui metode penumbuhan dengan mediasi pbenihan di atas Stainless Steel

Penumbuhan nanopartikel palladium di atas stainless steel dimulai dengan proses pbenihan dengan merendam sampel pada larutan PLL 5% yang diperoleh dengan mencampurkan 0,2 ml PLL ke dalam 5 ml air murni. Selanjutnya sampel direndam selama 30 menit ke dalam larutan pbenihan nanopartikel palladium yang dibuat dengan mencampurkan 0,5 ml K_2PdCl_6 0,01 M ke dalam 0,5 ml trisodium sitrat 0,01 M, 20 ml air murni dan 0,5ml $NaBH_4$ 0,1 M, kemudian sampel dicuci dengan air suling. Perendaman dalam larutan PLL 5% dan larutan pbenihan dilakukan sampai tiga kali. Selanjutnya dilakukan proses penumbuhan nanopartikel palladium, dengan merendam sampel pada larutan penumbuh nanopartikel palladium yang diperoleh dengan mencampurkan 20 ml CTAB 0,1 M dengan 0,5 ml K_2PdCl_6 0,01 M, larutan 0,5 ml NaOH 0,1 M dan larutan Ascorbid Acid, dalam waktu selama 5 jam.

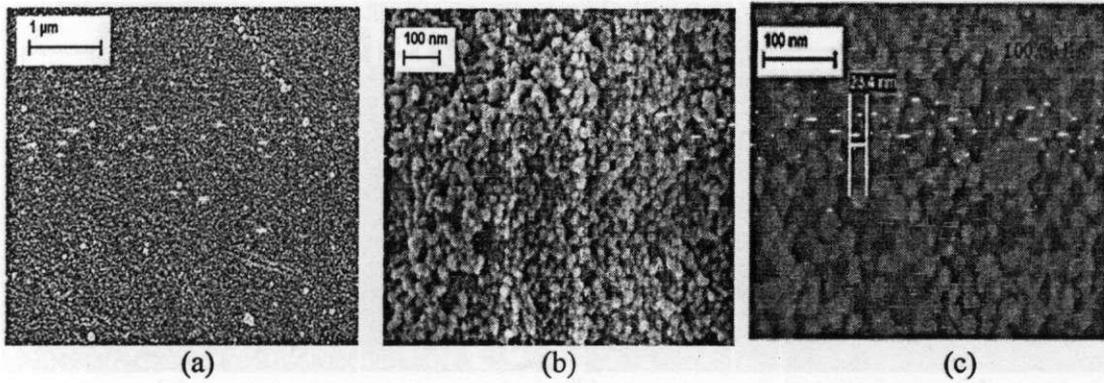
Untuk mendapatkan nanopartikel palladium yang optimum, maka perendaman sampel pada larutan penumbuhan dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi ascorbit acid: 0,1 M 0,1 mL; 0,2 M 0,1 mL; 0,3 M 0,1 mL; 0,4 M 0,1 mL dan 0,5 M 0,1 mL. Setelah didapat hasil optimal dari variasi konsentrasi ascorbit acid, maka konsentrasi optimal tersebut akan dicampurkan dengan larutan CTAB yang juga dibedakan dengan lima variasi konsentrasi yaitu: 0,05 M 20 mL; 0,1 M 20 mL; 0,15 M 20 mL; 0,2 M 20 mL dan 0,25 M 20 mL.

Penumbuhan nanopartikel platinum pada stainless steel tidak melewati proses pbenihan, tapi langsung substrat direndam dalam larutan penumbuhan yang divariasikan konsentrasi larutan ascorbit acid (0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4 M dan 0,5M). Selanjutnya penumbuhan nanopartikel platinum juga dilakukan dengan memvariasikan larutan penumbuh

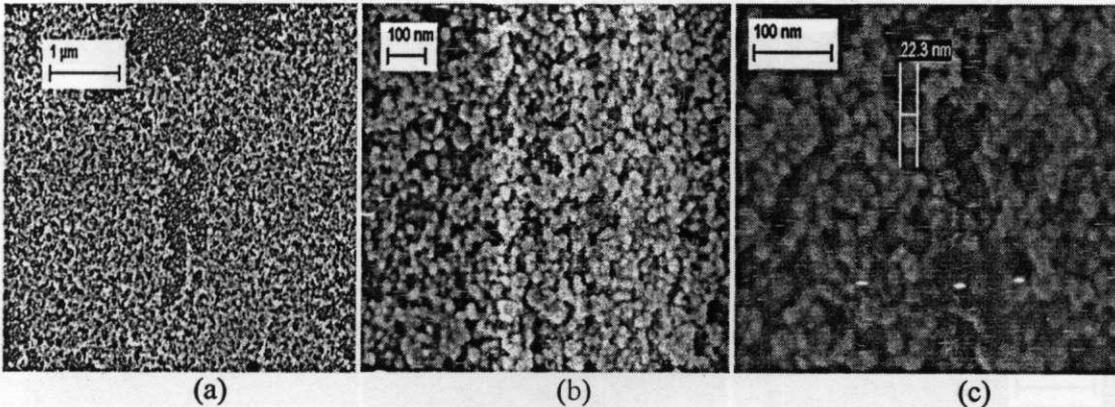
platinum (K_2PtCl_4), yaitu 0,5M; 0,7M; 0,9M, 1M dan 1,3M. Selanjutnya konsentrasi optimum dari ascorbit acid dan larutan penumbuh yang telah diperoleh, dipilih untuk menumbuhkan nanopartikel platinum pada pellet karbon. Penumbuhan nanopartikel platinum dilakukan dalam dua kali penumbuhan (multigrowth). Waktu penumbuhan juga divariasikan, yaitu 2 jam + 2 jam; 3 jam + 3 jam; 4 jam + 4 jam dan 5 jam + 5 jam.

1. Tinjauan SEM dan EDX

Hasil penumbuhan nanopartikel platinum pada permukaan stainless steel untuk mendapatkan penumbuhan optimal. Uji SEM untuk sampel dengan variasi konsentrasi ascorbit acid diamati menggunakan peralatan SEM model supra 55 pv, hasil uji SEM untuk nanopartikel platinum ditunjukkan pada gambar di bawah ini.



Gambar 5.25. Hasil SEM nanopartikel platinum pada stainless steel dengan konsentrasi ascorbit acid 0,1 M (a). perbesaran 10.000X (b). Perbesaran 50.000X dan (c). Perbesaran 100.000X

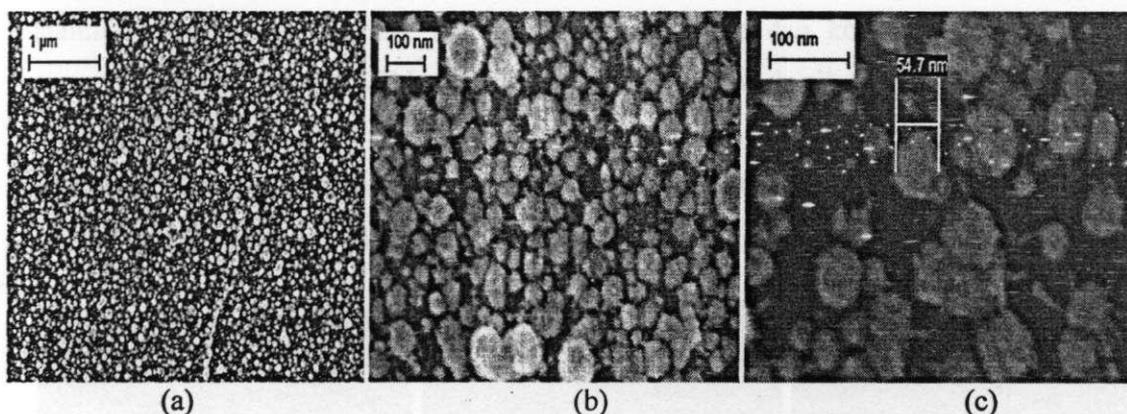


Gambar 5.26 Hasil SEM nanopartikel platinum pada stainless steel dengan konsentrasi ascorbit acid 0,5 M (a). perbesaran 10.000X (b). Perbesaran 50.000X dan (c). Perbesaran 100.000X

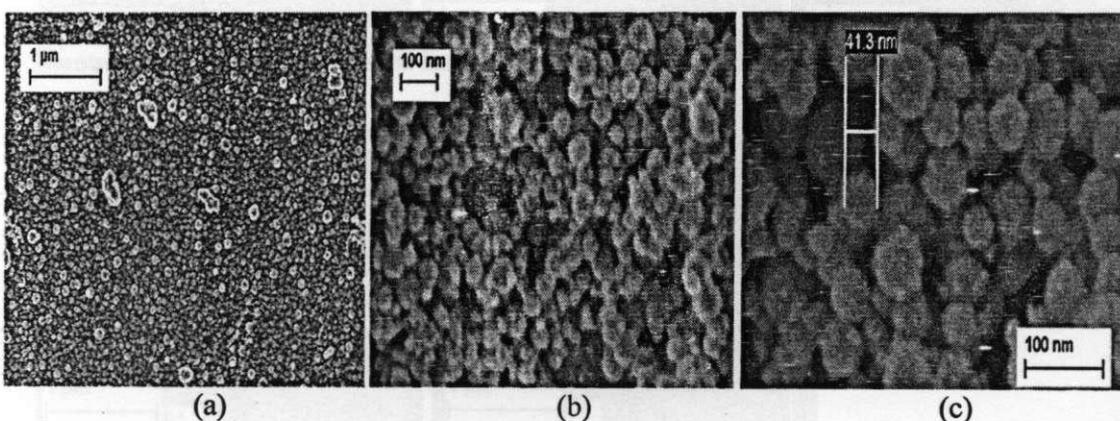
Pada gambar 5.25 dan 5.26, ditunjukkan bahwa nanopartikel platinum yang dihasilkan berbentuk lingkaran dan bergumpal-gumpal satu sama lain. Semakin besar konsentrasi

larutan ascorbit acid, nanopartikel platinum yang dihasilkan semakin kurang merata, namun ukuran partikel nampaknya tidak banyak dipengaruhi oleh konsentrasi larutan ascorbit acid. Ukuran rata-rata nanopartikel platinum yang tumbuh di atas permukaan stainless steel pada variasi konsentrasi larutan ascorbit acid adalah sekitar 22,3 dan 23,4 nm. Sedangkan variasi ukuran nanopartikel platinum nampak seragam dan merata menyebar ke seluruh bagian permukaan.

Selanjutnya hasil uji SEM untuk sampel nanopartikel platinum yang disiapkan dengan metode penumbuhan kimia basah multigrowth pada kondisi konsentrasi larutan ascorbit acid optimum (0,2 M) dan konsentrasi larutan penumbuh K_2PtCl_4 optimum (1 M) dengan variasi waktu penumbuhan ditunjukkan pada gambar 5.27 dan 5.28 di bawah ini.



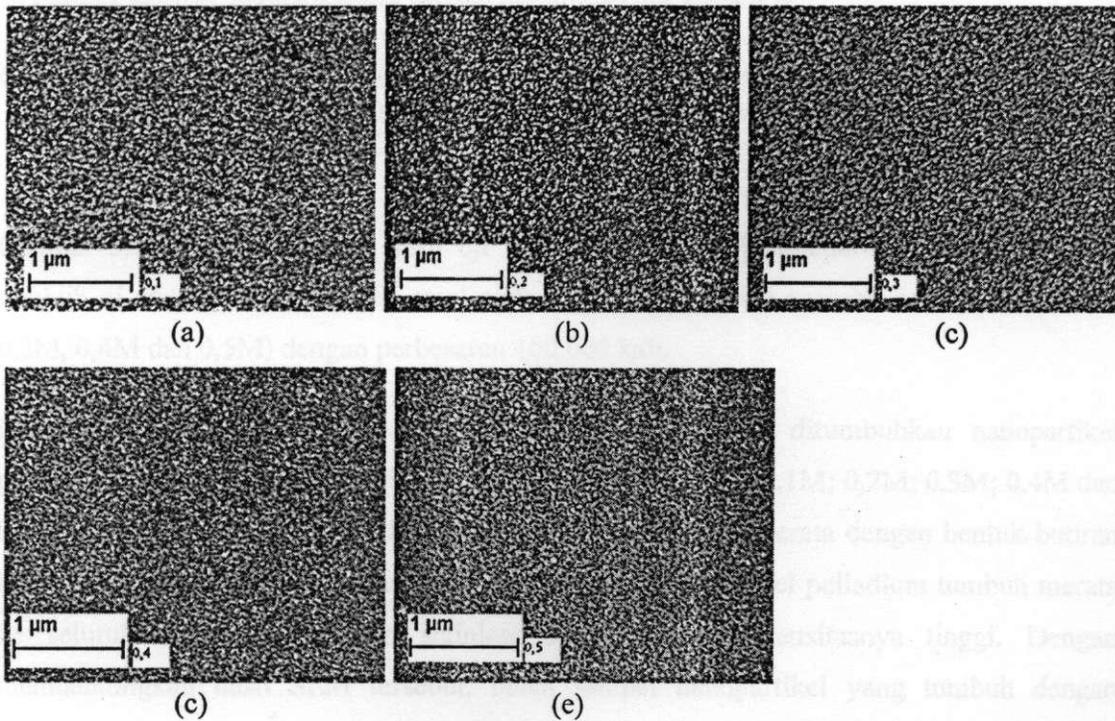
Gambar 5.27. Hasil SEM nanopartikel platinum dengan multigrowth pada konsentrasi ascorbit acid 0,2 M dan konsentrasi K_2PtCl_4 1 M dengan waktu penumbuhan 2 jam + 2 jam dan (a). 10.000X (b). 50.000X dan (c). 100.000X perbesaran



Gambar 5.28. Hasil SEM nanopartikel platinum pada stainless steel dengan metode multi growth pada konsentrasi ascorbit acid 0,2 M dan K_2PtCl_4 1 M dengan waktu penumbuhan 5 jam + 5 jam dan (a). 10.000X (b). 50.000X dan (c). 100.000X perbesaran

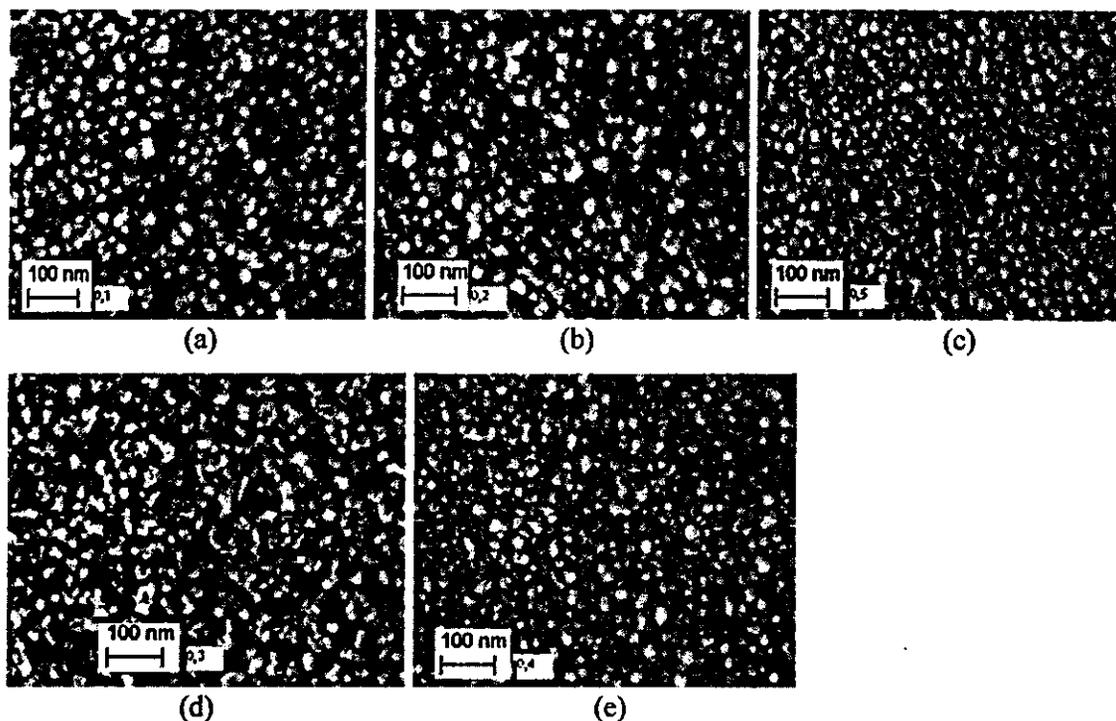
Gambar 5.27 dan 5.28 menunjukkan bahwa partikel yang dihasilkan berbentuk lingkaran dan bergumpal-gumpal satu sama lain. Semakin lama waktu penumbuhan berulang (multigrowth) terlihat nanopartikel yang terbentuk semakin merata dan distribusinya juga semakin baik. Ukuran rata-rata nanopartikel platinum yang tumbuh di atas permukaan stainless steel pada variasi waktu penumbuhan berulang (2 kali) lebih besar dibanding dengan penumbuhan sekali (tidak berulang). Adapun ukuran nanopartikel platinum yang terbentuk dengan metode multigrowth ini adalah sekitar 41,3 nm (5 jam + 5 jam) dan 54,7 nm (2 jam + 2 jam). Sedangkan variasi ukuran nanopartikel platinum nampak seragam dan merata menyebar ke seluruh bagian permukaan substrat.

Uji SEM untuk sampel nanopartikel palladium yang ditumbuhkan di atas permukaan stainless steel dengan variasi konsentrasi ascorbit acid dan konsentrasi CTAB diamati menggunakan peralatan SEM model supra 55 pv. Hasil uji SEM untuk nanopartikel palladium yang tumbuh di atas substrat stainless steel ditunjukkan pada gambar 32 s.d 35 di bawah ini. Gambar 5.29 memperlihatkan hasil SEM untuk nanopartikel palladium di atas stainless steel pada variasi konsentrasi ascorbit acid dengan perbesaran 10.000 kali.



Gambar 5.29. Hasil SEM nanopartikel palladium pada stainless steel dengan konsentrasi ascorbit acid (a). 0,1 M; (b). 0,2 M; (c). 0,3 M; (d). 0,4 M (e). 0,5 M dan perbesaran 10.000X

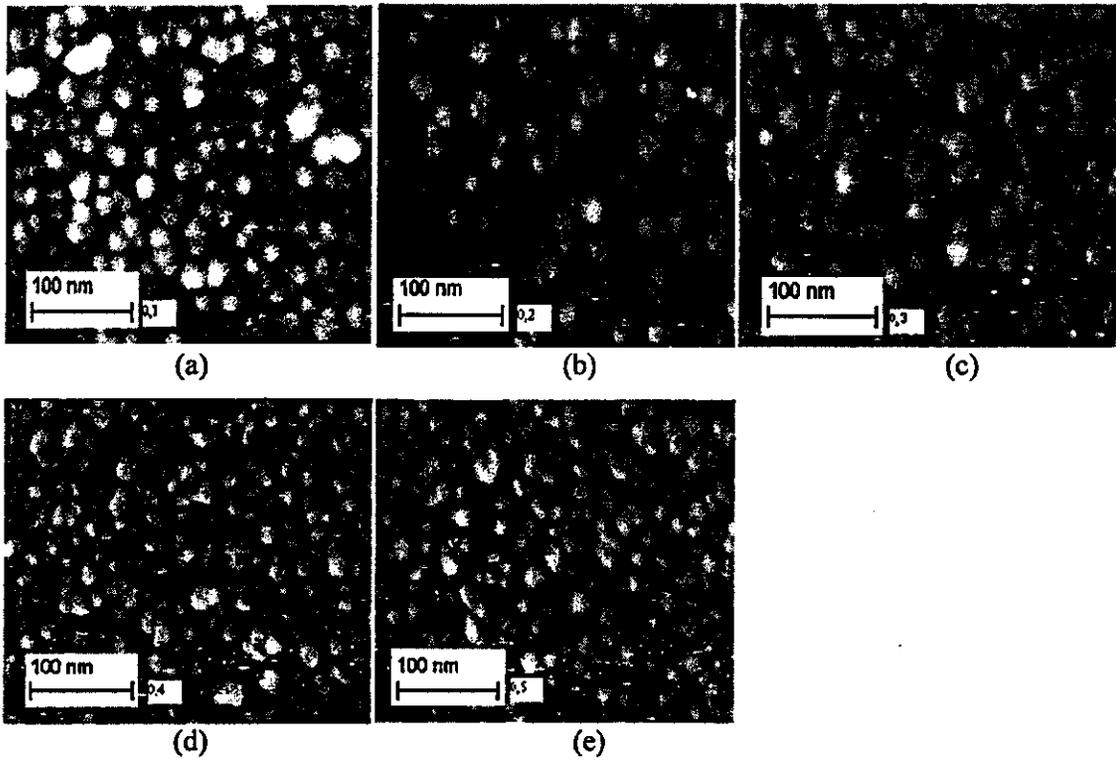
Hasil uji SEM untuk sampel nanopartikel palladium yang tumbuh di atas substrat stainless steel pada variasi konsentrasi ascorbit acid (0,1M; 0,2M; 0,3M, 0,4M dan 0,5M) dengan perbesaran 50.000 kali diperlihatkan pada gambar di bawah ini.



Gambar 5.30. Hasil SEM nanopartikel palladium pada stainless steel dengan konsentrasi ascorbit acid (a). 0,1 M; (b). 0,2 M; (c). 0,3 M; (d). 0,4 M (e). 0,5 M dan perbesaran 50.000X

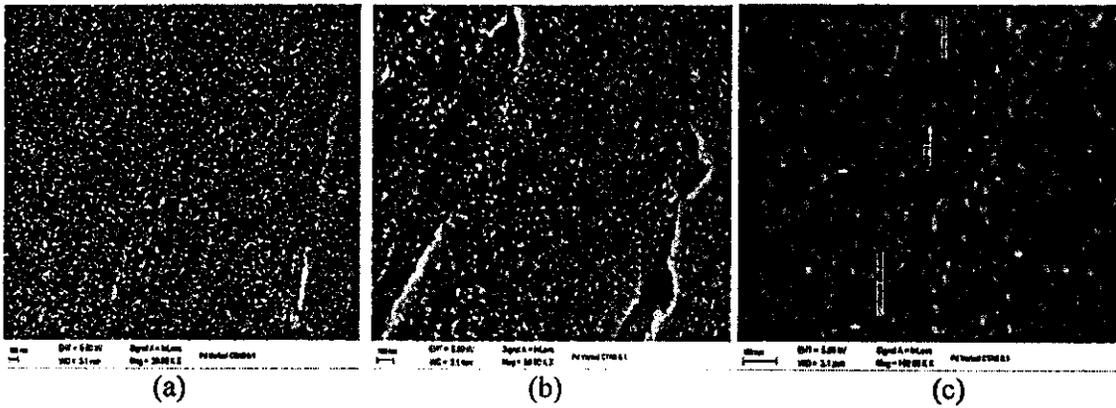
Gambar 5.31 memperlihatkan hasil uji SEM untuk sampel nanopartikel palladium yang tumbuh di atas substrat stainless steel pada variasi konsentrasi ascorbit acid (0,1M; 0,2M; 0,3M, 0,4M dan 0,5M) dengan perbesaran 100.000 kali.

Dari hasil SEM dari sampel substrat stainless steel yang ditumbuhkan nanopartikel palladium di atasnya dengan variasi konsentrasi ascorbit acid (0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4M dan 0,5M), terlihat bahwa nanopartikel palladium tumbuh cukup merata dengan bentuk butiran bulat (lingkaran) dan dengan ukuran yang seragam. Nanopartikel palladium tumbuh merata ke seluruh bagian permukaan stainless steel, sehingga densitasnya tinggi. Dengan membandingkan hasil SEM tersebut, maka sampel nanopartikel yang tumbuh dengan konsentrasi ascorbit acid 0,3 M dipilih sebagai yang paling baik dibandingkan sampel dengan konsentrasi yang lain. Selanjutnya konsentrasi ascorbit acid 0,3 M ini dipilih untuk proses selanjutnya.



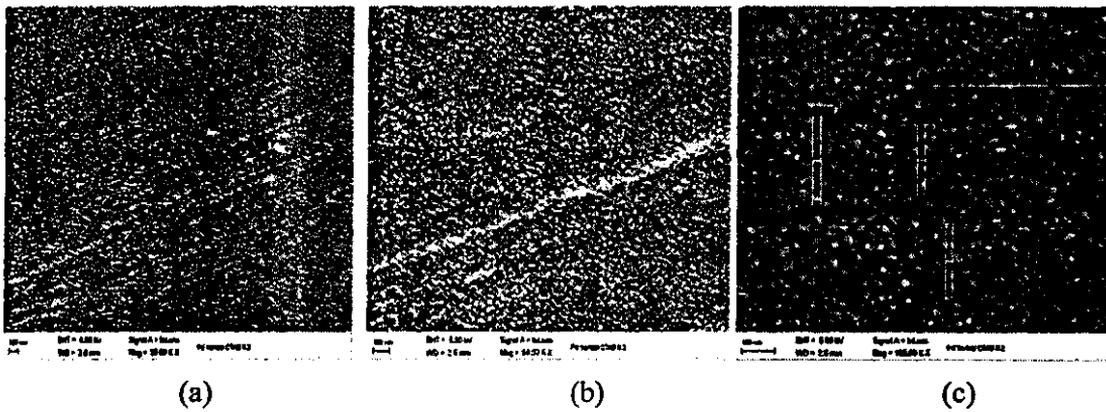
Gambar 5.31 Hasil SEM nanopartikel palladium pada stainless steel dengan konsentrasi ascorbit acid (a). 0,1 M; (b). 0,2 M; (c). 0,3 M; (d). 0,4 M (e). 0,5 M dan perbesaran 100.000X

Gambar 5.32 di bawah ini memperlihatkan hasil uji SEM untuk sampel nanopartikel palladium yang tumbuh di atas stainless steel dengan konsentrasi larutan CTAB sebesar 0,1M dengan perbesaran 30.000X, 50.000X dan 100.000X.



Gambar 5.32 Hasil SEM nanopartikel palladium di atas stainless steel dengan konsentrasi CTAB 0,1 M dan perbesaran (a). 30X; (b). 50X; (c). 100X

Gambar 5.33 di bawah ini memperlihatkan hasil uji SEM dari sampel nanopartikel palladium yang tumbuh di atas substrat stainless steel pada konsentrasi larutan CTAB 0,2M.



Gambar 5.33 Hasil SEM nanopartikel palladium di atas stainless steel dengan konsentrasi CTAB 0,2 M dan perbesaran (a). 30.000X; (b). 50.000X; (c). 100.000X

Dari hasil uji SEM untuk sampel nanopartikel palladium yang ditumbuhkan di atas stainless steel pada variasi konsentrasi larutan ascorbit acid (0,1M; 0,2M; 0,3M; 0,4M dan 0,5M) dan konsentrasi larutan CTAB (0,05M; 0,1M; 0,15M; 0,2M dan 0,25M) yang sebagian hasil uji SEMnya diperlihatkan pada gambar 5.30 s.d gambar 5.33, maka dengan membandingkan keseragaman ukuran partikel, distribusi partikel dan densitas partikel maka disimpulkan bahwa kondisi optimum variasi konsentrasi ascorbit acid dan CTAB adalah 0,3M ascorbit acid dan 0,1M CTAB.