

## SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM) DARI NANOPARTIKEL PALLADIUM SPHERIS PADA PERMUKAAN INDIUM TIN OXIDE (ITO) DENGAN VARIASI WAKTU PEMBENIHAN DAN PENUMBUHAN

Iwantono<sup>1</sup>, Nazif Mulyanas<sup>1</sup>, Akrajas Ali Umar<sup>2</sup> dan Erman Taer<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, University of Riau, 28293 Simpang Baru, Riau, Indonesia

<sup>2</sup>Institute Mikroengineering dan Nano Elektronik, Universiti Kebangsaan Malaysia,  
43600 Bangi, Selangor, Malaysia

### ABSTRAK

Telah dilakukan uji Scanning Electron Microscopy (SEM) pada sampel nanopartikel palladium spheris yang ditumbuhkan di atas permukaan Indium Tin Oxide (ITO) dengan menggunakan metoda kimia basah. Penumbuhan nanopartikel palladium spheris ini dilakukan dengan memvariasikan waktu pbenihan dan waktu penumbuhan untuk mendapatkan kondisi optimum. Hasil karakterisasi SEM, menunjukkan nanopartikel yang tumbuh terlihat memiliki ukuran yang cukup seragam dan tumbuh cukup merata pada permukaan ITO. Gambar hasil pengukuran SEM juga menunjukkan bentuk nanopartikel palladium spheris seperti bola (spherical). Image SEM juga mengkonfirmasi ukuran nanopartikel palladium spheris adalah berkisar antara 14,5 sampai 32,4 nm. Selanjutnya hasil SEM menunjukkan nanopartikel palladium spheris yang tumbuh dengan waktu pbenihan 1 kali dengan waktu penumbuhan 2 jam mempunyai ukuran antara 15,6 - 25,7 nm. Selain itu nanopartikel yang tumbuh terlihat memiliki ukuran yang seragam. Sementara itu sampel ITO yang telah ditumbuhkan nanopartikel dengan waktu 2 kali pbenihan, memperlihatkan ukuran nanopartikel sebesar 14,5 - 20,1 nm, namun terlihat variasi ukurannya cukup beragam. Selanjutnya untuk waktu pbenihan 3 kali, ukuran nanopartikel yang telah ditumbuhkan lebih besar dari waktu pbenihan 1 dan 2 kali pbenihan. Dari gambar SEM ditunjukkan ukuran nanopartikel yang tumbuh berukuran 19,0 - 25,7 nm, dengan distribusi yang cukup merata. Gambar SEM yang diambil untuk sampel dengan variasi waktu penumbuhan menunjukkan bahwa untuk waktu penumbuhan 24 jam, nanopartikel yang tumbuh memiliki ukuran yang seragam antara 17,9 - 32,4 nm. Sedangkan sampel dengan waktu penumbuhan 30 menit dan 1 jam mempunyai ukuran 22,5 - 29,7 nm dan 22,3 - 25,7 nm berturut-turut, tetapi distribusinya kurang seragam.

**Kata kunci:** *Nanopartikel Palladium spheris, ITO, waktu pbenihan dan penumbuhan*

### 2. Pendahuluan

Nanopartikel spheris metal saat ini menjadi daya tarik bagi banyak peneliti, terutama karena potensinya yang dapat diaplikasikan sebagai katalisator, substrat film, bahan material pelindung api, dan sensor kelembaban. Nanopartikel spheris sendiri dapat dibuat dengan menggunakan palladium sebagai bahan utama di atas permukaan substrat seperti ITO. Di antara semua kelompok metal transisi, palladium merupakan unsur yang menarik dilihat dari aktivitasnya dalam berbagai reaksi sebagai katalis yang sangat bagus, seperti dalam reaksi hidrogenasi, reaksi Heck, reaksi pembentuk ikatan C-C, reaksi Suzuki dan reaksi siklisasi (Nath et al, 2007). Beberapa laporan telah dipublikasikan tentang teknologi untuk mendapatkan nanopartikel palladium yang stabil. Di antaranya adalah metode sonokimia, metode sonoelektrokimia, teknik mikroemulsi dan berbagai metode lainnya (Nath et al, 2007). Dari berbagai aplikasi tersebut, morfologi, distribusi ukuran partikel, luas area

permukaan dan seluruh karakterisasi dari nanopartikel spheris merupakan faktor penting yang harus diperhitungkan sebelum nanopartikel tersebut diindustrialisasikan (Tan et al, 2009).

Indium Tin Oxide (ITO) merupakan sebuah material keramik yang memiliki banyak aplikasi pada bidang elektronik dan optik dengan konduktivitas yang bagus, serta transmitansi yang tinggi pada area spektrum-tampak (Lee et al, 2005). ITO juga memiliki faktor refleksi tinggi pada spektrum sinar inframerah dan mampu menyerap radiasi UV (Shitao et al, 2006). Pada bidang fisika dan kimia, ITO memiliki aplikasi pada pengembangan katalis pada nanopartikel. ITO memiliki potensi yang luas dan memiliki sifat elektrokimia yang stabil dan kaya akan sifat fisika, ITO biasa digunakan sebagai substrat elektroda yang sangat bagus pada pembuatan metal dan nanopartikel semikonduktor (Zhang et al, 2005). Di dalam pengembangan ITO sebagai elektroda, ITO dapat difungsikan sebagai katalis dengan menumbuhkan nanopartikel diatas permukaannya.

Untuk mengetahui struktur mikro dari nanopartikel palladium yang tumbuh di atas ITO tersebut, maka sampel dikarakterisasi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM). Informasi yang diperoleh dari karakterisasi SEM meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan nanopartikel. Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran dan susunan partikel.

## 2. Eksperimen

### D. Persiapan Larutan

Bahan-bahan kimia yang akan digunakan, seperti trisodium sitrat,  $\text{NaBH}_4$ , CTAB,  $\text{K}_2\text{PdCl}_6$ , dan asam askorbat yang masih dalam bentuk serbuk dibuat menjadi larutan. Bahan pelarut yang digunakan adalah air murni dengan menggunakan Elga Pure Water dengan nilai tahanan  $18\text{M}\Omega$ .  $\text{NaBH}_4$ , CTAB dan  $\text{K}_2\text{PdCl}_6$ , dapat mengendap sehingga dibutuhkan waktu dan proses untuk melarutkannya. Botol yang berisi  $\text{NaBH}_4$  dimasukan ke dalam gelas vial yang berisi es dan diberi goncangan sampai  $\text{NaBH}_4$  larut. Sedangkan CTAB dan  $\text{K}_2\text{PdCl}_6$  dilakukan proses sonikasi selama sekitar 40 menit untuk melarutkannya.

Pembuatan larutan pembenihan dimulai dengan mencampurkan 0,01 M 0,5 ml  $\text{K}_2\text{PdCl}_6$  ke dalam 0,01 M 0,5 ml trisodium sitrat. Selanjutnya, tambahkan 20 ml air murni ke dalam campuran tersebut kemudian terakhir ditambahkan dengan 0,1 M 0,5 ml  $\text{NaBH}_4$ . Sementara itu larutan penumbuhan diperoleh dengan mencampurkan 0,1 M 20 ml CTAB ke dalam 0,01 M 0,5 ml  $\text{K}_2\text{PdCl}_6$ . Selanjutnya ditambahkan beberapa variasi konsentrasi larutan NaOH ke dan terakhir tambahkan 0,1 M 0,1 ml asam askorbat, terus diaduk dengan teratur selama beberapa detik.

### E. Penumbuhan Nanopartikel Palladium

Penumbuhan nanopartikel dilakukan dengan merendam ITO pada larutan penumbuh (PPL) selama 30 menit pada suhu ruang 28-30 °C. Selanjutnya sampel direndam dengan larutan pembenihan, kemudian direndam dalam larutan penumbuhan. Terakhir ITO dibilas dengan air murni dan gas nitrogen. Penelitian ini dilakukan dengan beberapa proses untuk mendapatkan hasil yang optimal, yaitu dengan perlakuan variasi waktu pembenihan dan penumbuhan (30 menit, 1 jam, dan 24 jam) pada kondisi konsentrasi NaOH yang optimal.

### F. Karakterisasi

Untuk mengidentifikasi struktur molekul nanopartikel palladium spheris, maka sampel dikarakterisasi dengan Spektroskopi UV-Vis dengan menggunakan Spektrofotometer UV-160A. Untuk melakukan karakterisasi tersebut, digunakan dua sampel, yaitu nanopartikel

yang telah ditumbuhkan di atas permukaan ITO dan glass slide ITO tanpa ditumbuhkan nanopartikel yang berfungsi sebagai referensi. Panjang gelombang yang dipakai 300-780 nm. Morfologi dari nanopartikel palladium spheris diuji dengan SEM menggunakan alat model LEO 1450VP.

## 5. Hasil dan Pembahasan

Penumbuhan nanopartikel palladium spheris diawali dengan pembentukan partikel bermuatan positif pada permukaan ITO selama 30 menit dengan menggunakan larutan PLL. Pada gambar 1 diperlihatkan proses pembentukan muatan positif di atas permukaan ITO. Larutan PLL sendiri merupakan larutan silika bermuatan positif yang dapat menempel pada permukaan substrat pada penumbuhan nanopartikel. Selanjutnya dilakukan pembenihan nanopartikel di atas permukaan ITO dengan menggunakan larutan nanopartikel palladium spheris. Benih nanopartikel sendiri bermuatan negatif, sehingga partikel bermuatan positif yang sudah ada di atas permukaan ITO akan menarik benih nanopartikel yang bermuatan negatif ke atas permukaan ITO. Pada gambar 2 ditunjukkan pembentukan muatan negatif di atas permukaan ITO yang telah dilapisi silika bermuatan positif. Selanjutnya CTAB berfungsi untuk membentuk struktur permukaan yang mengubah ion-ion palladium menjadi atom-atom palladium. Nanopartikel yang ditumbuhkan akan tumbuh pada permukaan substrat ITO dan bukan di larutan. Peran dari muatan positif yang telah ditumbuhkan pada permukaan ITO adalah untuk menarik ion-ion palladium yang telah berubah menjadi atom-atom palladium ke permukaan ITO.

### A. Spektroskopi UV-Vis

Pengukuran spektroskopi UV-Vis dilakukan terhadap sampel dengan variasi waktu pembenihan dan variasi waktu penumbuhan. Dari hasil pengukuran UV-Vis didapatkan bahwa nanopartikel palladium spheris terbentuk pada substrat ITO dengan puncak spectrum yang bervariasi mengikuti variasi waktu pembenihan dan penumbuhan. Sampel yang diukur adalah sampel yang disiapkan dengan larutan NaOH 1 M 0,5 ml. Dari hasil pengukuran (gambar 3) didapatkan bahwa sampel dengan 3 kali waktu pembenihan memiliki serapan warna yang paling tinggi pada panjang gelombang 345 nm dengan intensitas serapan sebesar 0,088 A. Sampel yang disiapkan dengan waktu pembenihan 2 kali memiliki intensitas serapan yang sedikit lebih rendah, yaitu 0,083 A pada panjang gelombang 330 nm, sedangkan untuk sampel dengan waktu pembenihan 1 kali memiliki intensitas serapan teringginya paling rendah dibanding sampel lainnya, yaitu hanya sekitar 0,066 A pada panjang gelombang 355 nm. Pengukuran spektroskopi UV-Vis berikutnya dilakukan terhadap sampel dengan variasi waktu penumbuhan. Hasil pengukuran (gambar 4) menunjukkan sampel dengan waktu penumbuhan 30 menit memiliki intensitas serapan paling tinggi dibandingkan dengan sampel dengan waktu penumbuhan 1 jam dan 24 jam.

### B. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Hasil SEM pada gambar 5 menunjukkan permukaan dari ITO yang telah ditumbuhkan nanopartikel palladium spheris dengan waktu pembenihan 1 kali dan waktu penumbuhan 2 jam. Dari gambar dapat diukur nanopartikel yang tumbuh, yaitu berukuran 15,6 - 25,7 nm dan terlihat memiliki ukuran yang hampir sama dan tumbuh merata pada permukaan ITO. Gambar SEM (gambar 6) untuk sampel dengan waktu 2 kali pembenihan memperlihatkan ukuran nanopartikel palladium spheris sebesar 14,5 - 20,1 nm, terlihat juga nanopartikel tersebar tidak merata dan ukurannya bervariasi. Selanjutnya untuk sampel dengan waktu

pembenihan 3 kali (gambar 7), ukuran nanopartikel yang tumbuh lebih besar dari dua sampel sebelumnya. Ukuran nanopartikel yang tumbuh berkisar antara 19,0 nm sampai 25,7 nm. Distribusi nanopartikel tersebut terlihat cukup rapat dan tersebar pada permukaan terlihat merata. Gambar 8 memperlihatkan hasil SEM untuk sampel dengan waktu penumbuhan 30 menit. Nanopartikel yang terbentuk mempunyai ukuran 22,5 – 29,7 nm dan tersebar tidak merata pada permukaan ITO. Untuk sampel dengan waktu penumbuhan 1 jam (gambar 9), nanopartikel palladium yang tumbuh memiliki ukuran 22,3 – 25,7 nm, tetapi tidak tumbuh merata pada permukaan substrat. Gambar 10 menunjukkan nanopartikel yang tumbuh dengan waktu penumbuhan 24 jam. Nanopartikel yang tumbuh pada permukaan ini memiliki ukuran 17,9 – 32,4 nm. Ukuran nanopartikel yang tumbuh cukup beragam dan terdistribusi pada permukaan ITO. Gambar SEM dari sampel yang telah ditumbuhkan nanopartikel, memperlihatkan nanopartikel palladium spheris memiliki bentuk seperti bola (spherical).

## 6. Kesimpulan

Pengukuran UV-Vis pada sampel ITO dengan 3 kali waktu pembenihan memiliki serapan warna yang paling tinggi dibandingkan dengan sampel dengan waktu pembenihan 1 dan 2 kali. Puncak spectrum terjadi pada panjang gelombang 345 nm dengan intensitas serapan 0,088 A. Sedangkan pengukuran pada variasi waktu penumbuhan menunjukkan sampel dengan waktu penumbuhan 30 menit memiliki intensitas serapan yang tertinggi. Pengujian SEM menunjukkan ukuran nanopartikel palladium adalah berkisar antara 19,0 sampai 32,4 nm. Variasi ukuran nanopartikel palladium ini bergantung pada waktu penumbuhan. Nanopartikel yang tumbuh terlihat memiliki ukuran yang cukup seragam dan tumbuh cukup merata pada permukaan ITO. Hasil pengukuran SEM juga menunjukkan bentuk nanopartikel palladium seperti bola (spherical).

## DAFTAR PUSTAKA

- Ali Umar, A., M. Oyama, **A Cast Seed-Mediated Growth Method for Preparing Gold Nanoparticle-Attached Indium Tin Oxide Surfaces**, 2006, Applied Surface Science 253 (2006) 2196–2202
- Ali Umar, A., M. Oyama, **Attachment of Gold Nanoparticles onto Indium Tin Oxide Surfaces Controlled by Adding Citrate Ions in a Seed-Mediated Growth Method**, 2006, Applied Surface Science 253 (2006) 2933–2940
- Ali Umar, A., M. Oyama, **Synthesis of Palladium Nanobricks with Atomic-Step Defects**, 2006, International Innovation Center, Kyoto University, Nishikyo-ku, Kyoto, 615-8520 Japan
- Carrington, N.A., D. Lynn R., Zi-Ling X., **Palladium and the Electrochemical Quartz Crystal Microbalance: a New Method for the in Situ Analysis of the Precious Metal in Aqueous Solutions**, 2006, Analytica Chimica Acta 572 (2006) 303–308
- Chardin, H., A. C. Acevedoa, S. Risnes, **Scanning Elektron Microscopy and Energy-Dispersive X-Ray Analysis of Defects in Mature Rat Incisor Enamel After Thyroparathyroidectomy**, 1998, Archives of Oral Biology 43 (1998) 317-327
- Chen, M., J. Falkner, W. H. Guo, J. Y. Zhang, C. Sayes, V. L. Colvin, **Synthesis and Self-Organization of Soluble Monodisperse Palladium Nanoklaster**, 2005, Journal of Colloid and Interface Science 287 (2005) 146–151
- Ducreux-Zappa, M., J.-M. Mermet, **Analysis of Glass by UV Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. Part 1. Effects of the Laser Parameters on the Amount of Ablated Material and the Temporal Behaviour of**

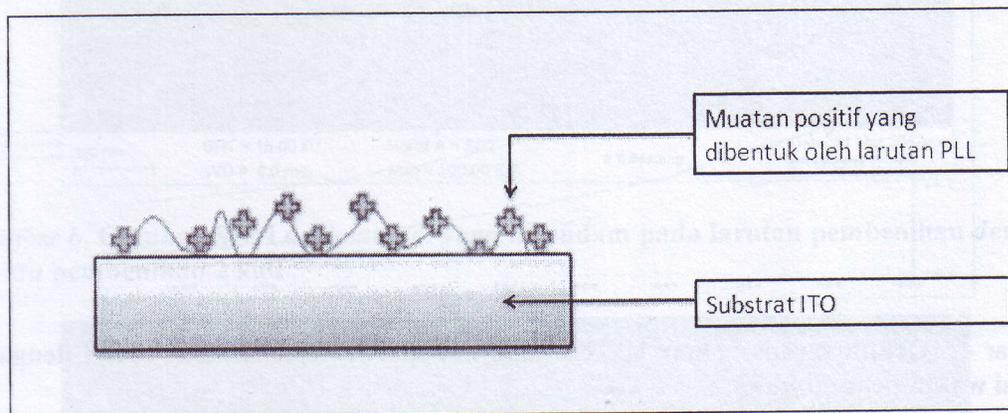
the Signal for Different Types of Laser, 1996, Spectrochimica Acta Part B 51 (1996) 321-332

Lashdaf, M., **Preparation and Characterisation of Supported Palladium, Platinum and Ruthenium Catalysts for Cinnamaldehyde Hydrogenation**, 2004, Industrial Chemistry Publication Series no.18 Teknillisen kemian julkaisusarja

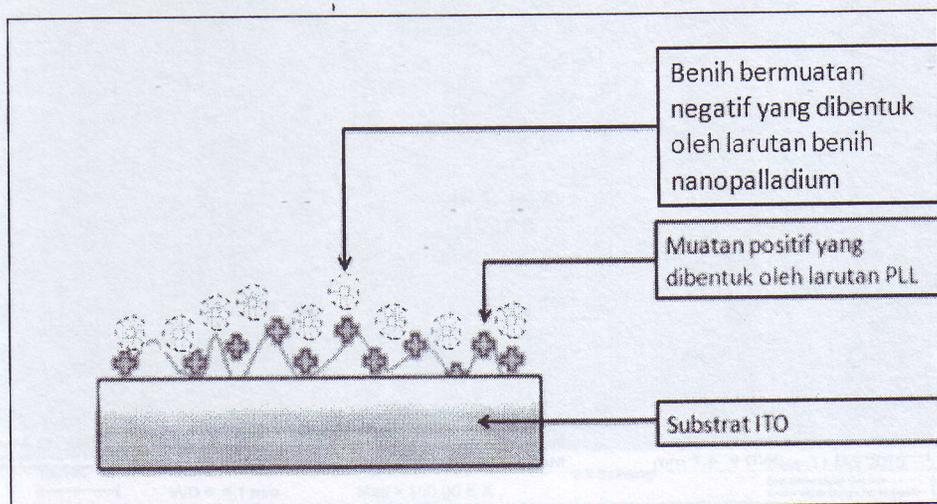
Lee, J. -S., S. -C., Choi, **Solvent Effect on Synthesis of Indium Tin Oxide Nano-powders by a Solvothermal Process**, 2005, Journal of the European Ceramic Society 25 (2005) 3307-3314

Liu, W. T., **Nanoparticles and Their Biological and Environmental Applications**, 2006, Journal Of Bioscience And Bioengineering Vol. 102, No. 1, 1-7. 2006

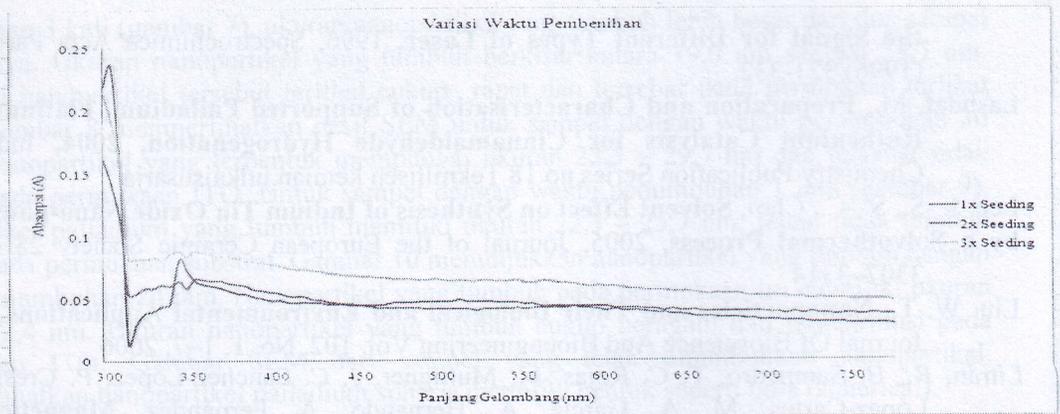
Litrán, R., B. Sampedro, T. C. Rojas, M. Multigner, J. C. Sánchez-López, P. Crespo, C. López-Cartes, M. A. García, A. Hernando, A. Fernández, **Magnetic and Microstructural Analysis of Palladium Nanoparticles with Different Capping Systems**, 2006, The American Physical Society-Physical Review B 73, 054404 (2006)



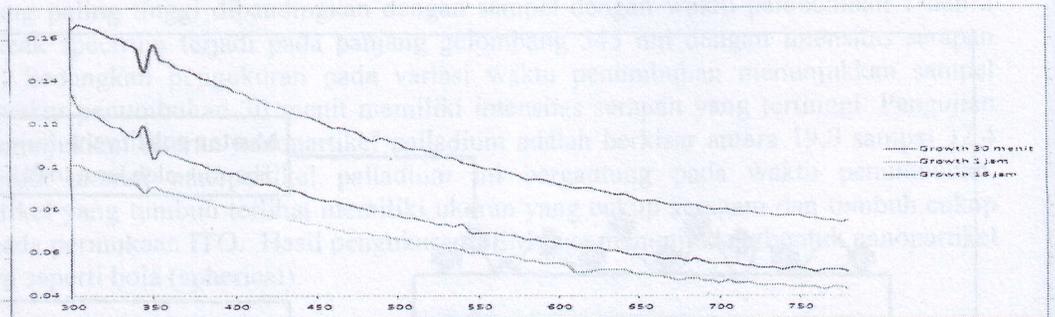
Gambar 1.. Pembentukan muatan positif diatas permukaan ITO.



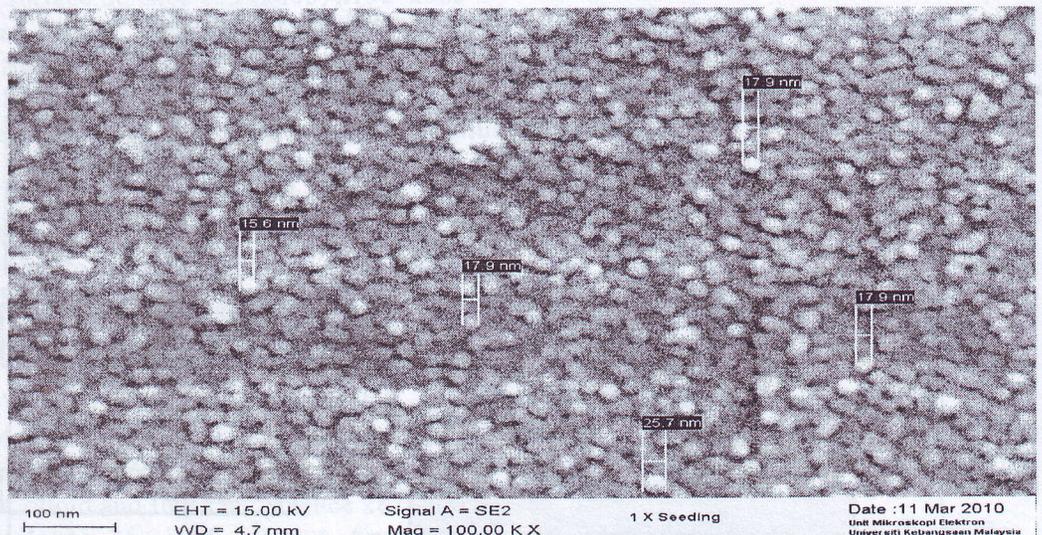
Gambar 2. Pembentukan muatan negatif diatas permukaan ITO yang sebelumnya telah ditumbuhkan muatan positif dengan menggunakan larutan pbenih



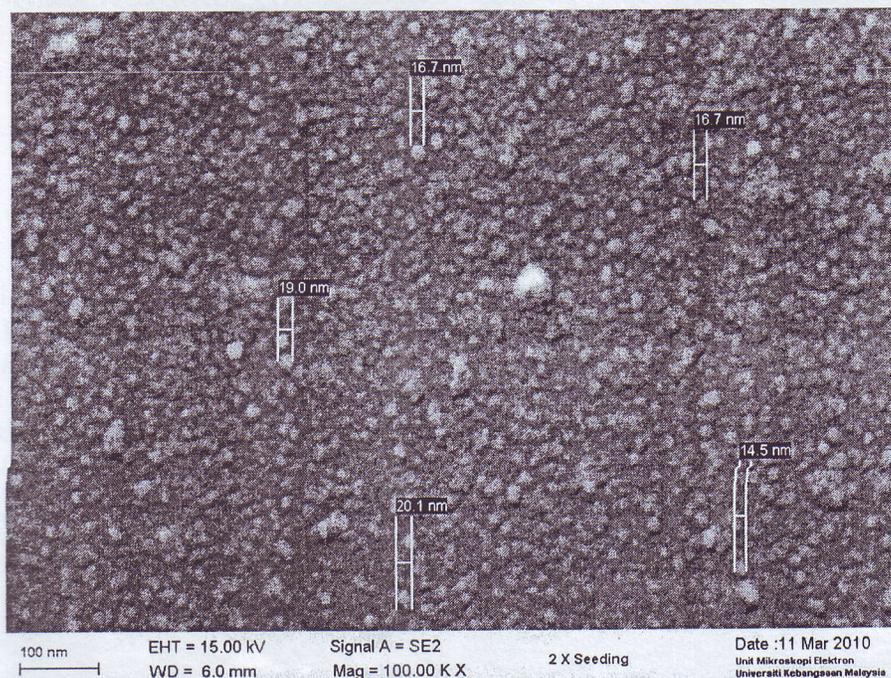
Gambar 3. Grafik serapan sinar UV-vis pada nanopartikel palladium spheris dengan variasi waktu pembenuhan.



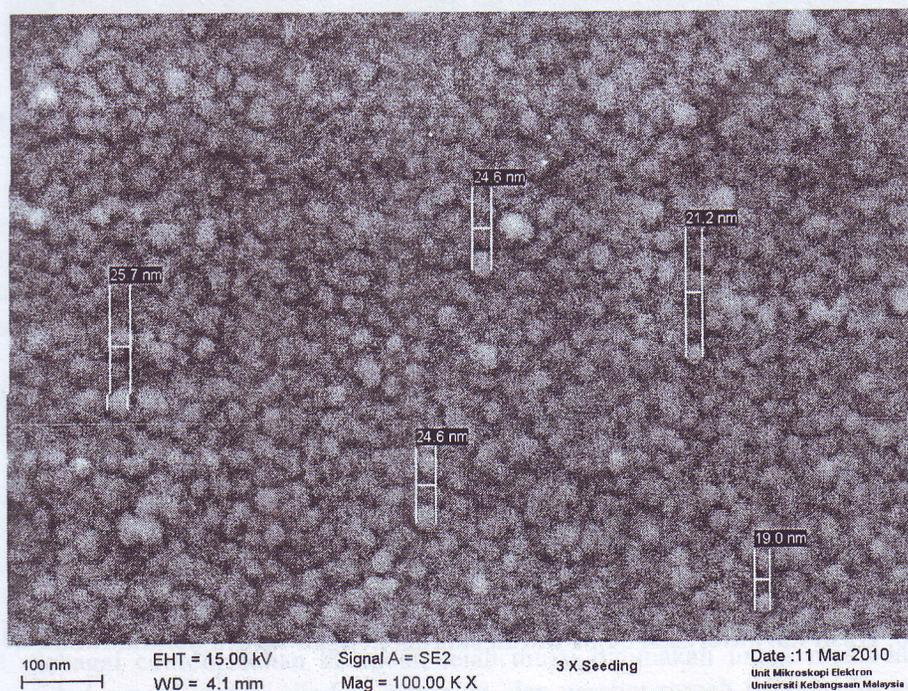
Gambar 4. Grafik serapan sinar UV-vis pada nanopartikel palladium spheris dengan variasi waktu penumbuhan.



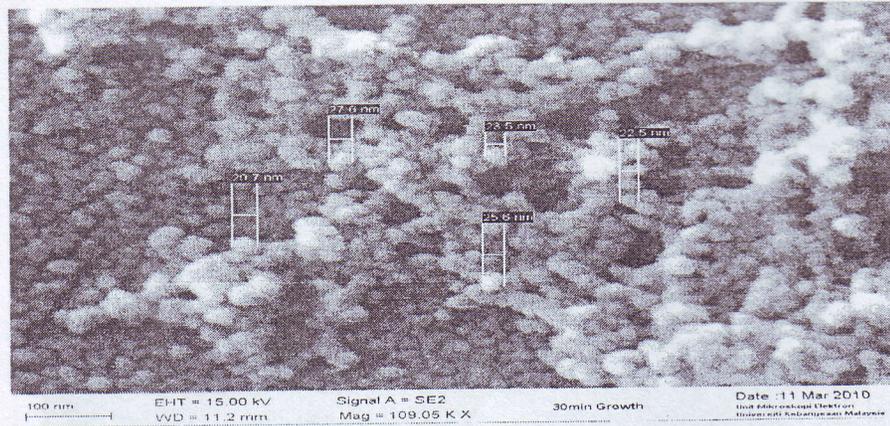
Gambar 5. Hasil SEM untuk sampel dengan waktu pembenuhan 1 kali



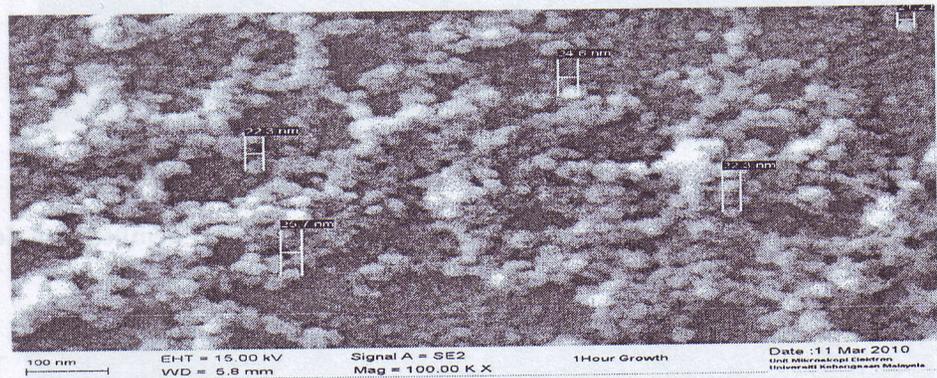
Gambar 6. Gambar SEM dari sampel yang direndam pada larutan pembedahan dengan waktu pembedahan 2 kali



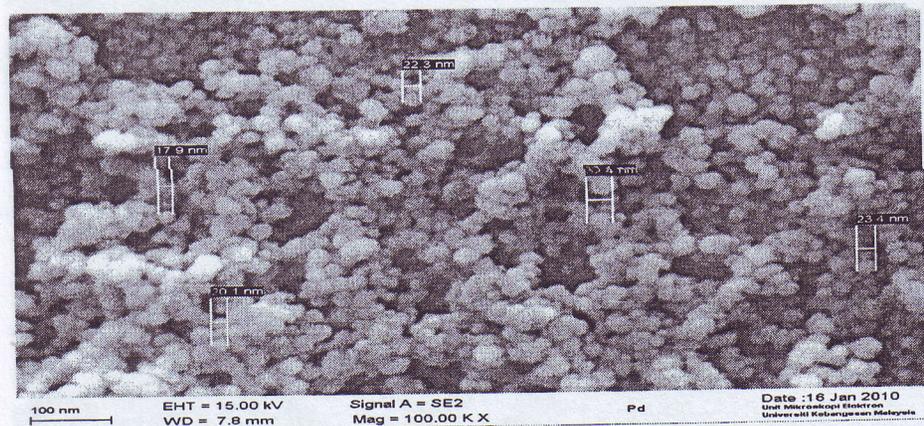
Gambar 7. Hasil SEM pada sampel dengan waktu pembedahan 3 kali



Gambar 8. Hasil SEM dari sampel yang direndam pada larutan penumbuhan dengan waktu penumbuhan 30 menit



Gambar 9. Gambar SEM dari sampel yang disiapkan dengan waktu penumbuhan 1 jam



Gambar 10. Hasil karakterisasi SEM untuk sampel dengan waktu penumbuhan 24 jam