

Optimalisasi Waktu Pelapisan Emas-Palladium pada Bahan Komposit Alam untuk Karakterisasi Morfologi dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* – *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)*

Natalia Erna Setyaningsih^{1✉}, Rodhotul Muttaqin¹, Isna Mar'ah²

¹Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang

²Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro

Info Artikel

Sejarah Artikel:

Diterima
16 Agustus 2017

Disetujui
29 Agustus 2017

Dipublikasikan
30 Agustus 2017

Keywords: Scanning
Electron Microscopy, Energy
Dispersive X-ray
Spectroscopy, Pelapisan,
Komposit

Abstrak

Komposit alam berbahan dasar daun jati telah dikembangkan di Universitas Negeri Semarang sebagai bahan alternatif pengganti kayu. Bahan komposit tersebut bersifat non konduktif sehingga untuk mengamati morfologinya dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) diperlukan proses pelapisan dengan menggunakan bahan konduktif seperti emas (Au) dan palladium (Pd). Penelitian ini bertujuan untuk menentukan waktu pelapisan optimal untuk sampel komposit alam. Metode yang digunakan adalah dengan variasi waktu pelapisan yaitu 30 sampai 180 detik pada arus tetap 18 mA. Hasil analisis EDX didapatkan penambahan waktu pelapisan Au-Pd mengakibatkan penurunan persentase kandungan unsur bahan komposit alam. Hasil EDX pada waktu pelapisan 90 detik diperoleh kandungan Karbon 10,7 %, Oksigen 1,4% dan Nitrogen 1% dan bahan pelapis Emas 85,5% dan Palladium 0,6% dan hasil analisis SEM menunjukkan bahwa secara kualitatif waktu pelapisan optimal untuk bahan komposit alam adalah 90 detik.

Abstract

A teak leaf-based natural composite has been developed at Universitas Negeri Semarang as alternative material of wood substitute. The composite material is non-conductive so to observe its morphology with SEM (Scanning Electron Microscopy) it is necessary coating process by using conductive materials such as gold (Au) and Palladium (Pd). This study aims to determine the optimal coating time for natural composite samples. The method that used is by varying the coating time from 30 to 180 seconds with the addition of 30 seconds at a fixed current of 18 mA. The SEM results show that qualitatively the optimal coating time for natural composite materials is 90 seconds. From the EDX analysis found the addition of coating time resulted in decreasing percentage content of natural composite material elements. EDX results at 90 second coating time obtained Carbon percentage 10.7%, 1.4% Oxygen and 1% Nitrogen and coating materials are 85.5% Gold and 0.6% Palladium

PENDAHULUAN

Implementasi dari kebijakan Universitas Negeri Semarang (UNNES) sebagai universitas konservasi menjadikan penelitian yang dikembangkan di berbagai bidang mengarah pada prinsip-prinsip konservasi. Salah satu penelitian yang dikembangkan di Laboratorium Fisika adalah penelitian berbahan dasar komposit alam. Beberapa penelitian mengenai pembuatan komposit alam antara lain Pemanfaatan kuarsa sebagai penguat pada komposit sampah daun-kertas (Masturi dkk, 2010) dan komparasi kuat tekan komposit berbahan dasar serbuk limbah kaca dengan perekat polimer *polyurethane* dan *polyvinyl acetate* (Aji, 2012). Pemanfaatan sampah daun jati di sekitar Universitas Negeri Semarang merupakan salah satu wujud terlaksananya kebijakan Unnes tersebut. Banyak jenis pohon dapat tumbuh di Indonesia. Seiring dengan pertumbuhan pohon-pohon, maka daun-daun yang berguguran juga semakin banyak. Sampah daun kering dapat terurai secara alami, tetapi di daerah perkotaan sampah daun kering tersebut tidak dapat terurai secara alami secepat saat daun-daun tersebut berguguran (Masturi dkk, 2012) Sampah daun jati dapat digunakan sebagai bahan komposit alam, sehingga mengurangi volume sampah di sekitar UNNES.

Karakterisasi bahan komposit alam dapat dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX). Penggunaan SEM tidaklah sekedar pengambilan Gambar dan fotografi, tetapi harus dilakukan dengan teknik dan metode operasi yang benar mengingat proses pembentukan *image* pada alat ini merupakan proses fisika yang merupakan interaksi korpuskular antara elektron sumber dengan atom pada bahan. SEM harus dioperasikan dengan pengaturan parameter elektron seperti *high voltage*, *spot size*, *bias* dan *beam current* juga parameter optik seperti kontras, fokus dan *astigmatismus* yang tepat sehingga diperoleh hasil Gambar yang optimal secara ilmiah dan tidak memberikan interpretasi ganda. Selain itu, proses pengambilan Gambar dan analisis kimia dengan SEM sangatlah dipengaruhi oleh jenis sampel

berikut cara penanganannya serta teknik preparasinya (Sujatno dkk, 2015) Perangkat EDX yang terintegrasi dengan SEM memungkinkan dilakukannya mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur-unsur mulai dari Litium (Li) sampai Uranium (U). EDX dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak-puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Perangkat lunak (*software*) akan secara otomatis mengidentifikasi jenis unsur/elemen yang terkandung pada sampel yang dikenal dengan *element identification*. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase kandungan masing-masing elemen (Cahyana dan Marzuki, 2014)

Bahan komposit alam merupakan bahan nonkonduktif. Kehadiran lapisan konduktif tipis diperlukan ketika konduktivitas sampel lemah. Hal ini tentu akan berpengaruh pada tegangan. Selain itu, kehadiran lapisan konduktif merangsang generasi elektron sekunder, terutama di permukaan sampel. Sebuah lapisan konduktif dikatakan tepat hanya ketika fitur topografi sampel tidak secara signifikan diperbesar atau dikaburkan oleh lapisan logam. Oleh karena itu sebuah lapisan konduktif harus setipis mungkin tanpa menutupi bagian dalam permukaan sampel. Sampel yang bersifat konduktif dan memiliki koefisien emisi elektron sekunder yang tinggi menyebabkan kekontrasan yang baik dalam Gambar (Stokroos dkk, 1998).

Variasi waktu dilakukan pada proses pelapisan bahan komposit untuk menghasilkan Gambar dengan kualitas kontras yang baik. Sehingga didapatkan waktu yang optimal untuk menghasilkan Gambar dengan kualitas kontras yang baik pada analisis SEM tanpa menutupi partikel-partikel yang terkandung di dalam bahan komposit tersebut.

METODE

Langkah awal dengan mengumpulkan sampah daun jati di sekitar UNNES menghaluskannya dan mencampurkan 15 gram sampah daun jati yang telah halus dengan 1,5 gram *polyurethane* sebagai polimernya. Sampel

ditekan dengan tekanan 3 ton kemudian dicetak dengan ukuran 1 cm x 1 cm x 1cm. Sampel disimpan selama 24 jam sebelum dikeringkan kemudian dioven pada suhu 60 °C selama 45 menit. Sampel yang telah kering kemudian dilapisi Au-Pd dengan variasi waktu 30 detik, 60 detik, 90 detik, 120 detik, 150 detik dan 180 detik dengan arus tetap sebesar 18 mA. Alat pelapis yang digunakan adalah mini sputter coater quorum SC7620 yang dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Proses pelapisan Au dan Pd pada sampel

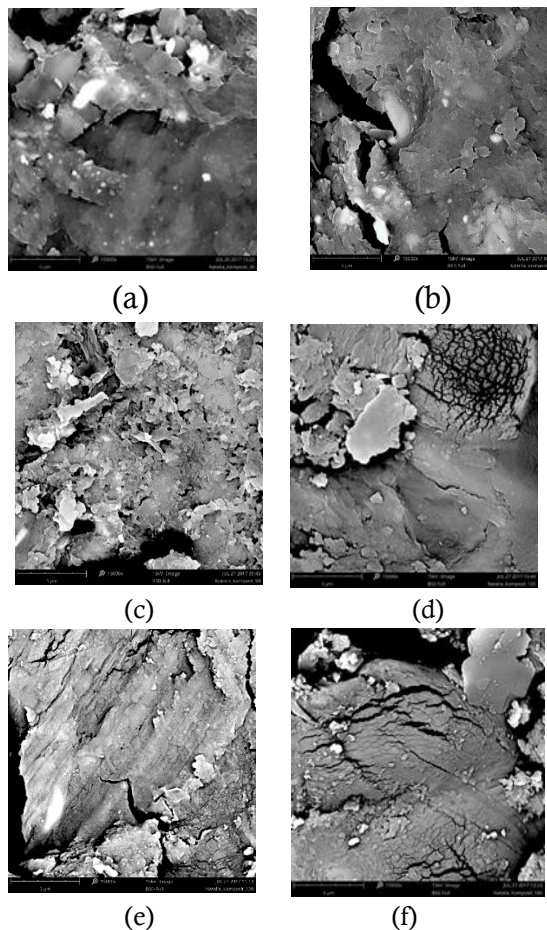
Setelah proses pelapisan selesai maka dilakukan uji morfologi sampel dengan SEM dan komposisi partikel sampel dengan EDX. SEM yang terdapat di Laboratorium Fisika FMIPA UNNES adalah *Phenom Pro X Desktop Scanning Electron Microscope SEM with Energy Dispersive X-Ray (EDX)* yang dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Phenom Pro X Desktop SEM dengan EDX

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil SEM diperoleh Gambar dengan perbesaran 15.000 kali dengan variasi waktu dan arus tetap 18 mA, dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil SEM bahan komposit sampah daun jati dengan arus tetap 18 mA, perbesaran 15.000 kali dan waktu pelapisan a) 30 detik (b) 60 detik (c) 90 detik (d) 120 detik (e) 150 detik dan (f) 180 detik

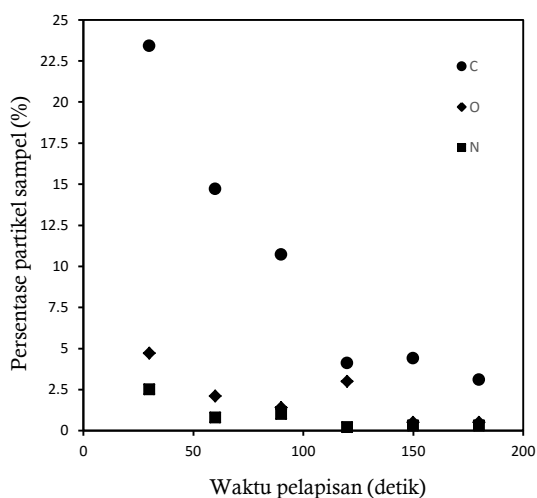
Variasi waktu pelapisan mengakibatkan perbedaan kualitas kontras Gambar sampel komposit sampah daun jati, hal ini dapat dilihat pada Gambar 3. Secara kualitatif Gambar yang dihasilkan dengan waktu pelapisan 30 detik dan 60 detik memiliki kualitas yang kurang baik sedangkan Gambar yang dihasilkan pada waktu pelapisan 90 detik menunjukkan peningkatan kualitas kontras Gambar. Tetapi dengan penambahan waktu pelapisan menjadi 120 detik, 150 detik dan 180 detik, tidak menunjukkan peningkatan yang signifikan terhadap kualitas Gambar.

Karakterisasi sampel komposit sampah daun jati menggunakan EDX digunakan untuk mengetahui kandungan partikel penyusunnya meliputi Carbon (C), Nitrogen (N) dan Oksigen (O). Persentase C,O dan N dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Persentase C,O dan N pada bahan komposit sampah daun jati.

Waktu (detik)	Persentase (%)		
	C	O	N
30	23.4	4.7	2.5
60	14.7	2.1	0.8
90	10.7	1.4	1
120	4.1	3	0.2
150	4.4	0.5	0.3
180	3.1	0.5	0.3

Perubahan persentase waktu pelapisan Au-Pd terhadap kandungan partikel penyusun sampel komposit dapat dilihat pada grafik yang ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Grafik hubungan waktu coating terhadap persentase partikel C,O dan N

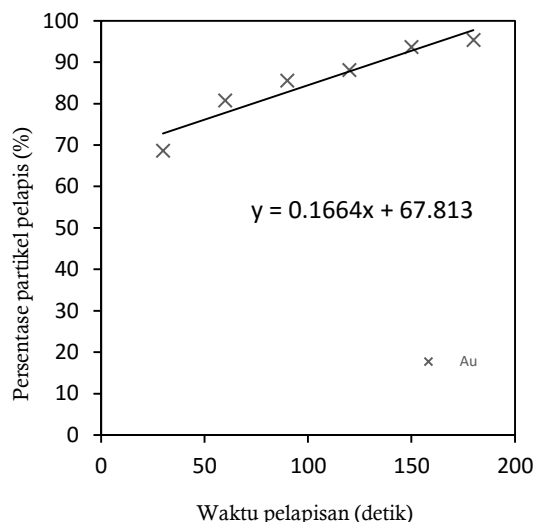
Dari grafik pada Gambar 4 dapat dilihat bahwa persentase partikel penyusun sampel komposit mengalami penurunan pada semua unsur seiring dengan bertambahnya waktu pelapisan. Hal ini disebabkan karena permukaan sampel komposit tertutup oleh lapisan bahan pelapis Au dan Pd yang terdeposisi pada permukaan sampel. Semakin tinggi waktu pelapisan maka semakin banyak partikel Au dan Pd yang menempel pada permukaan sampel komposit.

Bahan pelapis sampel komposit Au dan Pd selanjutnya dianalisis menggunakan EDX. Persentase Au dan Pd dapat dilihat pada Tabel 2.

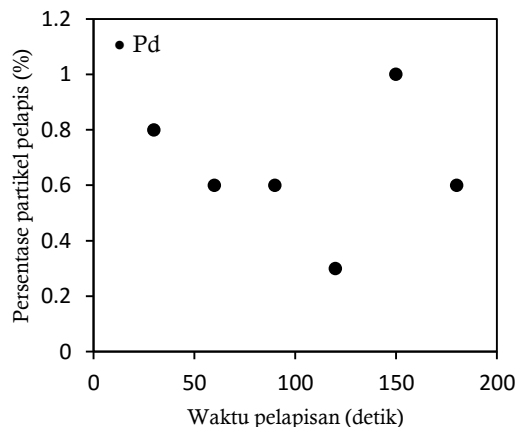
Tabel 2. Persentase bahan pelapis Au dan Pd pada bahan komposit sampah daun jati.

Waktu(detik)	Persentase (%)	
	Au	Pd
30	68.6	0.8
60	80.7	0.6
90	85.5	0.6
120	88	0.3
150	93.6	1
180	95.3	0.6

Bertambahnya waktu pelapisan menyebabkan persentase Au dan Pd juga bertambah, grafik perubahan persentase bahan pelapis Au dapat dilihat pada Gambar 5 dan grafik perubahan persentase bahan pelapis Pd dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 5. Grafik hubungan waktu coating terhadap persentase bahan pelapis Au.



Gambar 6. Grafik hubungan waktu coating terhadap persentase bahan pelapis Pd.

Gambar 5 terlihat bahwa persentase kandungan bahan pelapis Au semakin meningkat dengan bertambahnya waktu pelapisan. Hal ini disebabkan karena semakin banyaknya partikel Au yang terdeposisi pada permukaan sampel. Dari grafik pada Gambar 6 menunjukkan jika persentase bahan pelapis Pd memiliki kecenderungan bernilai tetap dan memiliki persentase yang sangat kecil walaupun waktu pelapisan bertambah. Perbandingan persentase bahan pelapis Au dengan Pd terjadi perbedaan yang cukup tinggi. Hal ini disebabkan karena pada keping target alat *sputter coater* yang digunakan memiliki perbandingan persentase Au/Pd adalah 80/20.

SIMPULAN

Sampel komposit sampah daun jati menghasilkan Gambar yang memiliki kontras yang optimal pada waktu pelapisan selama 90 detik dengan menggunakan arus 18 mA. Waktu pelapisan yang dilakukan lebih dari 90 detik tidak menunjukkan peningkatan yang signifikan terhadap kualitas Gambar, namun berakibat kenaikan persentase bahan pelapis yaitu Au dan Pd, sehingga akan menutup atau menghalangi kemunculan persentase partikel yang terkandung dalam bahan komposit sampah daun jati. Analisis EDX menunjukkan bahwa kandungan partikel yang terdapat pada bahan komposit sampah daun jati pada waktu *coating* selama 90 detik adalah 10.7 % karbon, 1.4 % oksigen dan 1 % nitrogen. Sedangkan kandungan bahan pelapis adalah 85.5 % emas dan 0.6 % palladium.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (LP2M) UNNES yang telah mendanai kegiatan penelitian ini, kepada Kepala Laboratorium Fisika Drs. Ngurah Made D.P., M.Si, Ph.D atas kesempatan yang diberikan sehingga dapat menggunakan fasilitas di laboratorium Fisika FMIPA UNNES.

DAFTAR PUSTAKA

Aji, M.P. (2012). Limbah Kaca Dengan Perakat Polimer Polyurethane Dan Polyvinyl Acetate. *Jurnal MIPA* 35(2),

140–44.

- Cahyana, A., and Marzuki, A. (2014). Analisa SEM (Scanning Electron Microscope) Pada Kaca TZN Yang Dikristalkan Sebagian. *Prosiding Mathematics and Sciences Forum 2014*, 23–26.
- Masturi. (2010). Pemanfaatan Kuarsa Sebagai Penguat Pada Komposit Sampah Daun-Kertas. *Jurnal Pendidikan Fisika Indonesia* 6, 138–41.
- Masturi. (2012). Permeability, Strength and Filtration Performance for Uncoated and Titania-Coated Clay Wastewater Filters. *American Journal of Environmental Sciences* 8(2), 79–94.
- Stokroos, I., D. Kalicharan, J. J. L. Van Der Want, W. L. Jongebloed. (1998). A Comparative Study of Thin Coatings of Au/Pd, Pt and Cr Produced by Magnetron Sputtering for FE-SEM. *Journal of Microscopy* 189(1) hal 79–89.
- Sujatno, A dkk. (2015). Studi Scanning Electron Microscopy (Sem) Untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir* 9(November), 44–50.