

Pembuatan Nanopartikel CeO₂ dengan Metode *Simple Heating* : Efek Penambahan Massa Polyethyleneglycol (PEG) Terhadap Ukuran Kristal yang Terbentuk

Ida Sriyanti

Program Studi Pendidikan Fisika FKIP Unsri
Jln. Raya Palembang-Prabumulih Km.32 Inderalaya OI Sumatera-Selatan
ida_sriyanti@yahoo.com

Abstrak

Nanopartikel cerium di dibuat dengan pemanasan sederhana (simple heating). Larutan dan polimer dalam kondisi asam dapat diubah menjadi nanopartikel melalui pemanasan pada suhu di atas suhu dekomposisi polimer. Disini dilaporkan studi awal preparasi nanopartikel cerium dioksida (CeO₂) dengan menggunakan precursor cerium nitrat yang dengan ditambahkan variasi massa polyethyleneglycol Akan dikaji efek penambahan massa polyetylneglycol terhadap morfologi dan kristalinitas nanopartikel yang dibentuk Dari variasi massa PEG diperoleh ukura CeO₂ sebesar n krstal terkecil yaitu 68,5 nm pada penambahan PEG 10 gram. Metode ini sangat berguna karena dapat menghasilkan nanopartikel dalam jumlah besar pada selang waktu yang pendek dan dapat diaplikasikan untuk elektrolit dalam SOFCs

Kata Kunci : *Nanopartikel, cerium dioksida, simple heating*

1. Pendahuluan

Riset bidang material skala nanometer sangat pesat dilakukan di seluruh dunia saat ini. Jika diamati, hasil akhir dari riset tersebut adalah mengubah teknologi yang ada sekarang yang umumnya berbasis pada material skala mikrometer menjadi teknologi yang berbasis pada material skala nanometer (Abdullah, *et.el.* 2004) Studi mengenai nanopartikel CeO₂ merupakan salah satu riset yang sedang banyak diminati dalam bidang nanoteknologi. Hal tersebut dikarenakan adanya potensi yang cukup besar dalam aplikasi pembuatan elektroli dan elektroda dalam *Solid Oxide Fuel Cells* (SOFCs) (Sriyanti, 2007).

Serangkaian golongan ceria yang didoping telah diteliti secara intensif karena penggunaannya yang sangat luas didalam industri seperti sebagai elektrolit dan elektroda dalam *Solid Oxide Fuel Cells* (SOFC) dan katalis (Inaba, *et.el.* 1996). Hingga saat ini, sebagian besar SOFC yang diproduksi menggunakan *Yitria stabilised Zirconia* (YSZ) sebagai elektrolitnya. Meskipun begitu, untuk mendapatkan kerapatan arus yang cukup tinggi dan daya output yang berguna, YSZ harus dioperasikan pada temperatur 700 –

1000°C (Singhal, 2000). Karena temperatur operasional yang masih tinggi maka SOFC masih sulit diaplikasikan pada skala yang lebih kecil seperti kendaraan bermotor. Ada dua pendekatan yang dapat digunakan untuk mengatasi masalah ini yaitu mereduksi ketebalan elektrolit dan menggunakan material elektrolit alternatif yang konduktifitas ionnya lebih tinggi pada temperature rendah dengan ukuran partikel yang kecil (Inaba, *et.al*, 1996). Selain itu, Faber et al telah mengkarakterisasi konduktifitas dari rangkaian larutan padat ceria yang didoping dengan oksida tanah jarang ditemukan bahwa energi aktivasi (E_a) unsur ini lebih rendah.

Umumnya, nanopartikel tidak dibuat dengan jalan memecah *bulk* material menjadi nanopartikel, namun dibuat dengan cara menghambat pembentukan kristalin besar bahan hasil reaksi kimia material precursor. Salah satu pendekatan yang dapat dilakukan adalah dengan menggunakan polimer sebagai penghambat pembentukan kristalin besar dan polimer akan mengalami dekomposisi pada suhu yang lebih tinggi setelah kristal nanopartikel terbentuk. Jadi, ada peluang untuk melakukan pembuatan nanopartikel CeO_2 dengan cara yang cukup sederhana memanfaatkan polimer dan menggunakan proses pemanasan yang sederhana.

2. Metode Penelitian

Metode penelitian yang akan digunakan adalah metode **induktif**, yaitu diawali dengan **observasi** dan dilanjutkan dengan **analisis**. Dengan strategi tersebut, peneliti akan melakukan penelitian berupa eksperimen preparasi sampel

a. Bahan yang digunakan

Precursor yang digunakan adalah cerium nitrat heksahidrat, $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (Kanto Chemical, Japan, 99.99%), dan polimer polyethyleneglycol (PEG).

b. Alat yang digunakan

Pemanasan dilakukan dengan menggunakan *programmable electric furnace* yang dapat mencapai suhu 1200°C. Digunakan SEM (*Scanning Electron Micrograph*), XRD (*X-Ray Diffraction*). SEM dilakukan untuk mendapatkan citra nanopartikel yang terbentuk sehingga dapat dilakukan pengukuran “diameter” nanopartikel tersebut, XRD dilakukan untuk mengetahui kristalinitas dari nanopartikel CeO_2

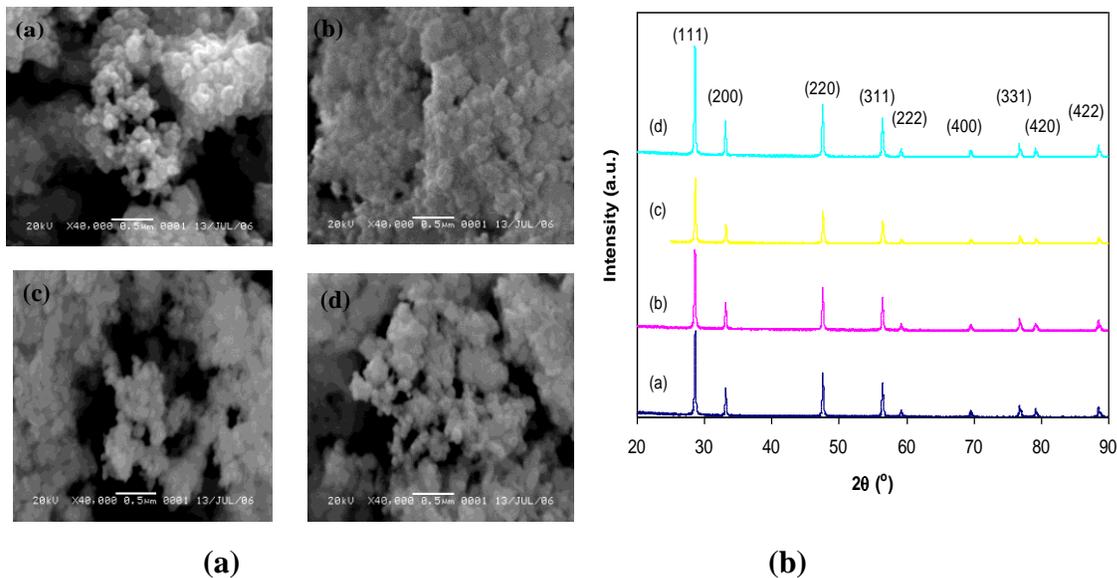
c. Percobaan

Metode percobaan yang digunakan untuk pembuatan nanopartikel CeO_2 yaitu metode *simple heating*. Metode ini dilakukan dengan melarutkan 1 M *precursor* dengan 20 mL air murni dengan berbagai perbedaan massa PEG (Polietilen glycol): 4 gram, 6 gram, 8 gram dan 10 gram.. Larutan precursor ini kemudian dipanaskan pada suhu 800°C selama 30 menit.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Efek Penambahan PEG terhadap Morfologi partikel CeO_2

Pada bagian ini, dibuat 4 (empat) buah sampel nanopartikel. Dengan massa PEG yang berbeda-beda yaitu 4 gram, 6 gram, 8 gram dan 10 gram, kemudian dipanaskan pada suhu 800°C selama 30 menit.

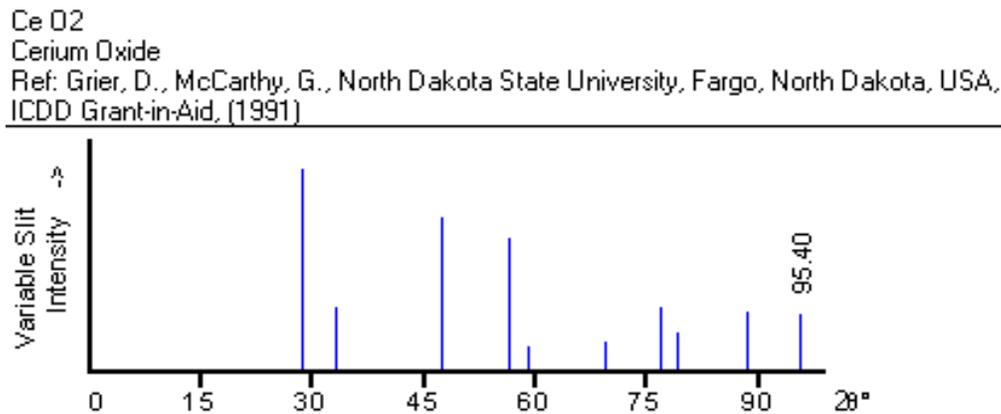


Gambar 1. (a). Morfologi partikel dan (b) Pattern XRD CeO_2 yang disintesis pada berbagai massa PEG : (a) 4g (b) 6g, (c) 8g dan (d) 10g

Gambar 1 (a). Memperlihatkan citra SEM nanopartikel CeO_2 yang disintesis pada berbagai jumlah PEG. Semua sample dipanaskan pada suhu 800°C selama 30 menit. Massa PEG yang bervariasi di campur dengan larutan nitrat dari prekursor Ce : (a) 4 g, (b) 6g, (c) 8g,

(d) 10g. Tidak ada perbedaan yang cukup signifikan pada morfologi sample ketika di campur berbagai variasi konsentrasi PEG. Namun, jika jumlah PEG yang digunakan sangat sedikit, maka morfologi sample berbentuk flakes, bukan merupakan nanopartikel yang terpisah. Efek serupa telah dikaji oleh mikrajuddin dan kawan-kawan untuk material seng oksida [14], yttria yang disop dengan europium [15] dan gadolonium-yttrium aluminium garnet yang disop dengan cerium [16].

Hasil XRD untuk semua sample cocok dengan *data base pdf (power diffraction file) # 431002*. Kecocokan perbandingan tersebut ditunjukkan oleh Gambar IV.5.



Gambar IV.5 *Data base dalam pdf (power diffraction file) # 431002 untuk CeO₂*

Dari semua pattern XRD yang tampak bahwa partikel yang dibuat benar-benar memperlihatkan fasa CeO₂. Tampak puncak-puncak CeO₂ yang cukup tajam muncul pada semua sampel. Ketajaman puncak-puncak menunjukkan bahwa sample yang terbuat memiliki kristalinitas yang cukup baik.

Citra SEM tidak dapat digunakan untuk mendapatkan ukuran kristalin dalam sampel. Oleh sebab itu, ukuran kristalin lebih baik jika dilakukan dengan menggunakan analisis dari hasil difraksi sinar-X. Ukuran kristalin ditentukan dengan menggunakan Persamaan Scherrer :

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta_B}, \quad (4.1)$$

dengan D adalah diameter kristalin (nm), λ adalah panjang gelombang sinar X (Å), θ_B adalah sudut Bragg dan B adalah lebar setengah dari titik puncak (FWHM) (rad).

Dengan menggunakan Persamaan (4.1) diperoleh ukuran kristalin masing-masing untuk konsentras PEG yang berbeda. Dapat dilihat pada Tabel IV.2 dibawah ini.

Tabel IV.2 Ukuran kristalin ceria yan divariasi dengan berbagai massa PEG

Unsur + PEG	Ukuran Kristalin (nm)
Ceria +PEG (4 gr)	81,3
Ceria +PEG (6 gr)	76,9
Ceria +PEG (8 gr)	72,3
Ceria +PEG (10 gr)	68.5

Hasil XRD tersebut menunjukkan bahwa penambahan konsentrasi PEG dapat mereduksi ukuran nanopartikel tersebut. Terlihat bahwa untuk penambahan PEG sebanyak 4 g diperoleh nanokrystalin yang memiliki diameter rata-rata sebesar 81,3 nm. Sementara itu, penambahan PEG sebanyak 6 g, 8 g dan 10 g menghasilkan nanokristalin yang berdiameter rata-rata sebesar 77 nm sampai dengan 68,5 nm. Peningkatan konsentrasi PEG menyebabkan ukuran kristalin mengecil, ukuran terkecil diperoleh pada konsentrasi PEG 10 gram yaitu 68,5 nm. Semua nanopartikel yang dihasilkan rata-rata kurang dari 100 nm. Pada kondisi ini, terjadi proses aglomerasi selama pemanasan karena tidak adanya polimer. Adapun proses yang terjadi memungkinkan terbentuknya kristal yang baik karena temperatur yang relatif tinggi sehingga hasil aglomerasi dan sintering bahan tersebut *annealing*.

4. Kesimpulan

Nanopartikel Cerium dioksida (CeO_2) dapat dibuat dengan menggunakan metode pemanasan sederhana (*simple heating*) menggunakan larutan precursor yang terdiri dari cerium nitrat heksahidrat dan poly-ethylene glycol (PEG). Diperoleh ukuran kristal terkecil 68,5 nm pada penambahan PEG sebanyak 10 gr. Metode ini sangat berguna karena dapat menghasilkan nanopartikel dalam jumlah besar pada selang waktu yang pendek, serta sangat ekonomis sehingga potensial sebagai aplikasi industri.

5. Daftar Pustaka

- Abdullah, M., Lenggoro, I. W., and Okuyama, K., (2004.), Polymer Electrolyte Nanocomposites, Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, HS. Nalwa, Ed., (American Scientific Publishers, Stevenson Ranch), vol.8: pp. 731-762
- Faber, J., Geoffroy, G., Roux, A., and Abélard, P.,(1989), A systematic Investigation of the dc Electrical Conductivity of rare-earth Doped Ceria, Applied. Physics., A, 49, 225
- Ida Sriyanti. 2007. Sintesis dan Karakteristik Nanopartikel Nd:CeO₂ untuk Aplikasi Elektrolit Solid Oxide Fuel cell (SOFC). Tesis S2 Fisika ITB. Bandung. Tidak dipublikasi.
- Inaba, H. and Tagawa, H., (1996) Ceria-Based Solid Electrolytes, Solid State Ionics, Vol. 83, No 1, pp. 1-16
- Singhal, S.C, (2000), Solid Oxide Fuel Cells For Stationary Mobile and Military Applications, Solid State Ionics , 135, 305.