



## SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL NANO-PEROVSKITE NEODYMIUM IRON OXIDE (NdFeO<sub>3</sub>)

Rina Dewi Mayasari<sup>a</sup>, Hanif Yuliani<sup>a,\*</sup>, Yelvia Deni<sup>a</sup>, Jarot Raharjo<sup>a</sup>, Suyanti<sup>b</sup>, Sudibyo<sup>b</sup>,  
Muhammad Setiadji<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi  
Gedung 224, Kawasan Puspiptek, Indonesia 15310

<sup>b</sup>Pusat Sains dan Teknologi Akselerator, Badan Tenaga Nuklir Nasional  
Jl. Babarsari, Yogyakarta, Indonesia 55281

\*E-mail: hanif.yuliani@bppt.go.id

Masuk tanggal : 14-11-2019, revisi tanggal : 06-01-2020, diterima untuk diterbitkan tanggal 24-09-2020

### Abstrak

Sintesis nano-perovskite oksida neodimium besi (NdFeO<sub>3</sub>) telah berhasil dilakukan dengan metode presipitasi menggunakan surfaktan EG (*ethylene glycol*) sebagai material pelapis. Senyawa NdFeO<sub>3</sub> dikarakterisasi analisis gugus fungsi kimia dengan FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*), analisis morfologi dengan SEM (*scanning electron microscopy*), analisis kristalinitas dan ukuran partikel dengan XRD (*X-ray diffraction*) dan TEM (*transmission electron microscopy*). Pengamatan SEM dan TEM menunjukkan bahwa hasil sintesis membentuk nanostruktur berbentuk bulat dengan ukuran diameter pada rentang 15 sampai 20 nm. Spektra XRD mengonfirmasi bahwa fasa NdFeO<sub>3</sub> membentuk struktur orthorombik dan perovskite.

**Kata Kunci:** Nano-perovskite, NdFeO<sub>3</sub>, *ethylene glycol*, presipitasi

### Abstract

*Nano-perovskite synthesis of neodymium iron oxide (NdFeO<sub>3</sub>) was successfully performed using a precipitation method using the EG (ethylene glycol) surfactant as a coating material. The NdFeO<sub>3</sub> compound was characterized by functional group analysis using FTIR (four transforms infrared spectroscopy), morphology analysis using SEM (scanning electron microscopy), crystallinity and particle size analysis using XRD (x-ray diffraction) and TEM (transmission electron microscopy). SEM and TEM research shows that the synthesized substance formed a sphere-like nanostructure with a diameter varying from 15 to 20 nm. The XRD spectra indicated that the NdFeO<sub>3</sub> phase formed an orthorhombic and perovskite structure.*

**Keywords:** Nano-perovskite, NdFeO<sub>3</sub>, *ethylene glycol*, precipitation

## 1. PENDAHULUAN

Beberapa tahun terakhir nanomaterial logam oksida telah menjadi penelitian yang menarik bagi para peneliti karena material tersebut memiliki sifat-sifat yang unik, seperti sensitif terhadap gas, superkonduktif suhu tinggi, kemampuan mengubah resistansi internal terhadap keberadaan medan magnet (*colossal magneto-resistance*), dan memiliki banyak sifat ferit (*multiferrocity*) [1]. Dalam ruang lingkup tertentu, material ortoferit dari bahan baku logam tanah jarang (LTJ) AFeO<sub>3</sub> (A = LTJ) dengan sifat struktur perovskite semakin banyak

dikembangkan karena sifat listrik dan magnetiknya yang sangat baik dan sensitif terhadap penurunan ukuran partikel hingga level nanometer [2]. Material ortoferit AFeO<sub>3</sub> dapat dimanfaatkan pada aplikasi sensor gas, *fuel cell*, divais spintronik, divais magneto optik, dan lain-lain [3].

Pada aplikasi sensor gas, perovskite oksida merupakan salah satu material yang memiliki sensitivitas tinggi, sangat selektif terhadap gas analit, stabilitas termal yang baik, dan kontrol struktur yang stabil [4]. Senyawa *nano-perovskite oxides* ABO (A: La, Nd, Sm dan Gd; B: Fe, Co

dan Ni; dan O: oksigen) memiliki aktivitas katalitik dan sensitivitas tinggi terhadap senyawa karbon monoksida (CO), hidrogen sulfida (H<sub>2</sub>S), karbon dioksida (CO<sub>2</sub>) serta senyawa hidrokarbon (HCs) seperti metana, etana, dan propana [5].

Sintesis nano-perovskite dapat dilakukan dengan berbagai metode antara lain reaksi *solid-state* [6], *gas phase reaction* untuk *thin film* (sputtering, evaporasi, *laser ablation*, dan lain-lain) [7], metoda perlakuan panas (*thermal treatment method*) [8], presipitasi dan *sol-gel* (*wet chemical method*) [9][10]. Motlagh, dkk., [5] telah melakukan proses sintesis kimia NdFeO<sub>3</sub> dengan metode presipitasi dan telah berhasil membuat nanokristal NdFeO<sub>3</sub> dengan ukuran 69 nm.

Pada riset ini dilakukan pengembangan sintesis senyawa NdFeO<sub>3</sub> dengan menggunakan metode presipitasi dan *ethylene glycol* sebagai surfaktan untuk memperoleh ukuran yang lebih kecil. Material NdFeO<sub>3</sub> dengan kristalinitas dan kemurnian tinggi serta ukuran dalam skala nanometer diharapkan dapat diterapkan dalam berbagai aplikasi, khususnya sensor gas.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

### 2.1 Bahan Baku

Material yang digunakan untuk proses sintesis senyawa perovskite adalah FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, Nd(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, *ethylene glycol* (EG); NaOH, dan *double distilled water* (dd-H<sub>2</sub>O). Seluruh reagen yang digunakan merupakan reagen kimia dengan standar kualitas pro-analisis (*analytical grade*) tanpa pemurnian lebih lanjut.

### 2.2 Sintesis Nano-NdFeO<sub>3</sub>

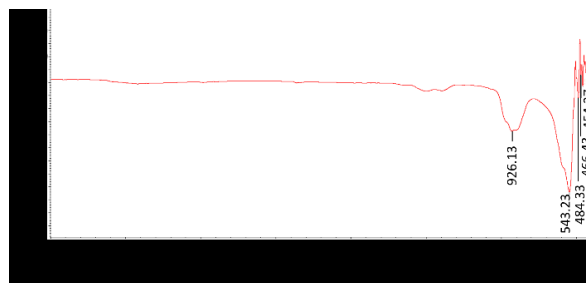
Proses sintesis nanokristal NdFeO<sub>3</sub> dilakukan dengan metode presipitasi dengan tahapan berikut: pertama dilakukan pembuatan larutan FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,1 M dan larutan Nd(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,1 M. Kedua larutan tersebut kemudian dicampur dan ditambahkan EG (*ethylene glycol*) yang berfungsi sebagai surfaktan dan pelapis material (*coating material*). Tahapan sintesis dilanjutkan dengan penambahan 1,5 M NaOH tetes demi tetes secara perlahan, dan pH larutan dimonitor selama penambahan larutan NaOH. Reaktan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan konstan hingga diperoleh pH 7-8. Suhu larutan dinaikkan menjadi 80 °C dan diaduk selama 1 jam. Produk didinginkan sampai suhu kamar.

Untuk memisahkan produk dari persenyawaan sodium dan klorida, presipitat dicuci dua kali dengan dd-H<sub>2</sub>O. Setelah itu, presipitat dicuci dengan etanol untuk memisahkan produk dari

kelebihan surfaktan (*excess surfactant*). Isolasi produk dalam *supernatant* dilakukan dengan sentrifugasi selama 15 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Produk dikeringkan pada suhu 100 °C selama 2 jam dan diperoleh produk NdFeO<sub>3</sub> dengan kandungan air hingga 10%, yang kemudian dihilangkan dengan proses pemanasan pada suhu 800 °C selama 4 jam.

### 2.3 Karakterisasi Nano-NdFeO<sub>3</sub>

Karakterisasi sampel NdFeO<sub>3</sub> dilakukan untuk memperoleh sifat-sifat material nano-perovskite NdFeO<sub>3</sub> secara kualitatif dan kuantitatif. Ikatan kimia dan struktur kimia dianalisa dengan FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*) Thermo Scientific Nicolet iS50. Morfologi berupa bentuk dan ukuran butir nanomaterial diamati dengan SEM (*scanning electron microscopy*) JEOL JSM-6390A dan TEM (*transmission electron microscopy*) FEI Tecnai G2 20S-Twin. Struktur kristal yang terbentuk pada sampel dikarakterisasi dengan XRD (*x-ray diffraction*) Rigaku D8 *Advance*. Proses keseluruhan karakterisasi dilakukan pada suhu ruang. Pengujian FTIR, SEM, dan XRD menggunakan sampel serbuk NdFeO<sub>3</sub> tanpa melalui preparasi lanjutan sedangkan sampel uji TEM dilakukan pelarutan sampel dengan menggunakan dispersan.



Gambar 1. Spektrum FTIR dari senyawa NdFeO<sub>3</sub>

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

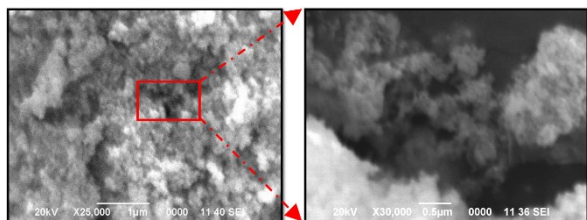
### 3.1 Analisa Ikatan Kimia NdFeO<sub>3</sub>

Gambar 1 menunjukkan spektrum FTIR (*fourier transform infrared spectroscopy*) dari senyawa NdFeO<sub>3</sub> dengan puncak-puncak serapan terdeteksi pada bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) 926,13; 543,23; 484,33; 466,43 dan 454,27. Data serapan ini mengacu pada vibrasi yang dihasilkan senyawa perovskite yaitu serapan (*absorptive bands*) dari vibrasi Fe–O (*stretching vibration*) pada panjang gelombang ~545 cm<sup>-1</sup>, serapan (*absorptive bands*) dari vibrasi O–Fe–O (*bending vibration*) pada panjang gelombang ~434 cm<sup>-1</sup>, dan serapan (*absorptive bands*) dari vibrasi O–Nd–O (*bending vibration*) pada panjang gelombang ~910 cm<sup>-1</sup>. Hasil analisis FTIR ini

mengonfirmasi keberhasilan proses sintesis yang menghasilkan senyawa perovskite NdFeO<sub>3</sub>.

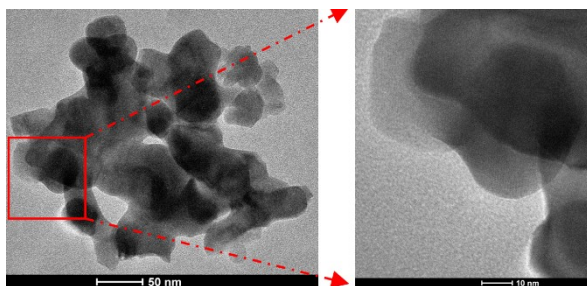
### 3.2 Analisis Morfologi NdFeO<sub>3</sub>

Morfologi senyawa NdFeO<sub>3</sub> diamati dengan SEM (*scanning electron microscopy*) dan ditampilkan pada Gambar 2. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa senyawa membentuk aglomerasi homogen berupa gumpalan NdFeO<sub>3</sub>. Homogenitas material terlihat dari warna hasil SEM yang sama di semua permukaan, sementara perbedaan warna memperlihatkan ketinggian permukaan. Akan tetapi, pada perbesaran skala 500 nm terlihat butiran-butiran partikel halus berukuran nanometer. Morfologi yang sama juga diperoleh Mothlagh, dkk., [5], [11] dimana butiran-butiran halus NdFeO<sub>3</sub> dengan bentuk *sphere-like* teraglomerasi.



Gambar 2. Hasil pengamatan SEM dari permukaan NdFeO<sub>3</sub>

Gambar 3 merupakan hasil pengamatan morfologi sampel dengan TEM (*transmission electron microscopy*). Partikel NdFeO<sub>3</sub> terlihat memiliki bentuk berupa butiran-butiran bulat yang tidak teratur (*sphere-like nanostructure*) dan teraglomerasi. Ukuran partikelnya diperoleh pada rentang 15-20 nm. Hasil pengamatan dengan TEM yang sebanding juga diperoleh Hao, dkk., [12], dengan proses sintesis menggunakan surfaktan, yaitu butiran-butiran NdFeO<sub>3</sub> yang teraglomerasi tetapi memiliki ukuran yang lebih besar 35~45 nm.

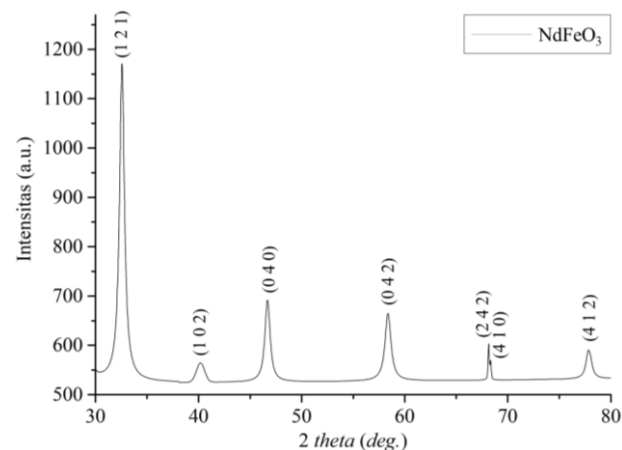


Gambar 3. Hasil analisa TEM butiran senyawa NdFeO<sub>3</sub>

### 3.3 Analisis Struktur Kristal NdFeO<sub>3</sub>

Kristalinitas NdFeO<sub>3</sub> dianalisa dengan alat XRD (*x-ray diffraction*) dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4. Hasil analisa pola difraksi sinar-x dengan menggunakan *software HighScore Plus* menunjukkan bahwa senyawa mengandung fasa utama FeNdO<sub>3</sub> (No. Ref. 96-

200-3125) yang mensyaratkan *three strongest lines* pada nilai  $d_1 = (2,75 \pm 0,01) \text{ \AA}$ ,  $d_2 = (1,95 \pm 0,02) \text{ \AA}$ , dan  $d_3 = (1,58 \pm 0,02) \text{ \AA}$ . Senyawa NdFeO<sub>3</sub> memiliki struktur kristal orthorombik ( $a \neq b \neq c$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ) dengan  $M_r = 248,09 \text{ \AA}^3$  dan grup ruang *Pbnm* (62). Hasil identifikasi fasa terangkum pada Tabel 1.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x senyawa NdFeO<sub>3</sub>

Tabel 1. Analisa data XRD senyawa NdFeO<sub>3</sub>

2θ (°)	d(Å)	Ukuran Kristalit (nm)	Bidang Fasa
32,53	2,75	11,74	(121)
40,16	2,24	13,13	(102)
46,76	1,95	12,45	(040)
58,46	1,58	11,16	(042)
68,14	1,37	34,69	(242)
68,33	1,37	34,89	(410)
77,88	1,23	15,82	(412)

Struktur kristal orthorombik dari fasa FeNdO<sub>3</sub> yang terbentuk juga memiliki kecenderungan menuju struktur *perovskite* fasa LaGaO<sub>3</sub> (CPDS No. 3561), sehingga dapat dikatakan fasa FeNdO<sub>3</sub> berstruktur *perovskite-like*. Bidang fasa FeNdO<sub>3</sub> terindikasi susunannya menyerupai *perovskite* LaGaO<sub>3</sub> yaitu (121), (102), (040), (042), (242), (410), dan (412). Hasil analisa XRD ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Nakhaei dan Khoshnoud [3]. NdFeO<sub>3</sub> memiliki pola difraksi dengan struktur perovskite *orthorhombic* dengan ruang grup *Pbnm*.

## 4. KESIMPULAN

Sintesis nanomaterial perovskite *neodymium iron oxide* (NdFeO<sub>3</sub>) telah berhasil dilakukan dengan metode presipitasi dengan surfaktan *ethylene glycol*. Berdasarkan hasil karakterisasi material, senyawa NdFeO<sub>3</sub> telah membentuk struktur *perovskite-like nanostructure* dengan struktur kristal orthorombik dan ukuran butir pada rentang 15-20 nm. Teknologi proses riset ini

perlu dioptimasi untuk mendapatkan nano-perovskite NdFeO<sub>3</sub> dengan bentuk dan ukuran butir yang homogen.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Kemenristekdikti atas hibah riset Insentif SINAS Konsorsium 2019 dan DIPA BPPT 2019 yang telah memberikan pendanaan pada riset ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Shanker, G. Narsinga Rao, K. Venkataramana, dan D. Suresh Babu, "Investigation of structural and electrical properties of NdFeO<sub>3</sub> perovskite nanocrystalline," *Phys. Lett. Sect. A Gen. At. Solid State Phys.*, vol. 382, no. 40, pp. 2974–2977, 2018. Doi: 10.1016/j.physleta.2018.07.002.
- [2] T. A. Nguyen, M. V. Berezhnaya, T. L. Phamd, V. O. Mittova, M. Q. Vo, L. T. T. Nguyend, H. T. Do, I. Y. Mittova, dan E. L. Viryutina, "Synthesis and magnetic characteristics of neodymium ferrite powders with perovskite structure," *Russ. J. Appl. Chem.*, vol. 92, no. 4, pp. 498–504, 2019. Doi: 10.1134/S1070427219040050.
- [3] M. Nakhaei dan D. Sanavi Khoshnoud, "Influence of particle size and lattice distortion on magnetic and dielectric properties of NdFeO<sub>3</sub> orthoferrite," *Phys. B Condens. Matter*, vol. 553, pp. 53–58, 2019. Doi: 10.1016/j.physb.2018.10.032.
- [4] Y. Chen, D. Wang, H. Kin, H. Zhang, Z. Zhang, G. Zhou, C. Gao dan J. Hu, "CO<sub>2</sub> sensing properties and mechanism of PrFeO<sub>3</sub> and NdFeO<sub>3</sub> thick film sensor," *J. Rare Earths*, vol. 37, no. 1, pp. 80–87, 2019. Doi: 10.1016/j.jre.2018.06.007.
- [5] M. K. Motlagh, M. Noroozifar, M. Yousefi, dan S. Jahani, "Chemical Synthesis and Characterization of Perovskite NdfeO<sub>3</sub> Nanocrystals via a Co-Precipitation Method," *Int. J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 9, no. 1, pp. 7–14, 2013.
- [6] E. H. Sujiono, M. Y. Dahlan, R. A. Imran, A. C. M. Said, dan S. Samnur, "The effects of calcination temperatures on crystal structures and morphologies of Nd<sub>1.2</sub>FeO<sub>3</sub> synthesized by solid-state reaction," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 367, no. 1, 2018. Doi: 10.1088/1757-899X/367/1/012042.
- [7] A. F. Nada, G. Ahmed, dan E. A. H. Ekram, *Perovskite nanomaterials-synthesis, characterisation, properties, and applications*, vol. 3. 2016.
- [8] Z. Anajafi, M. Naseri, S. Marini, C. Espro, D. Iannazzo, S. G. Leonardi dan G. Neri, "NdFeO<sub>3</sub> as a new electrocatalytic material for the electrochemical monitoring of dopamine," *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 411, no. 29, pp. 7681–7688, 2019. Doi: 10.1007/s00216-019-01975-z.
- [9] M. Yousefi, S. S. Zeid, dan M. Khorasani-Motlagh, "Synthesis and characterization of nano-structured perovskite type neodymium orthoferrite NdFeO<sub>3</sub>," *Curr. Chem. Lett.*, vol. 6, no. 1, pp. 23–30, 2017. Doi: 10.5267/j.ccl.2016.10.002.
- [10] J. Shanker, M. B. Suresh, dan D. S. Babu, "Synthesis, characterization and electrical properties of NdXO<sub>3</sub>(X=Cr, Fe) nanoparticles," *Mater. Today Proc.*, vol. 3, no. 6, pp. 2091–2100, 2016. Doi: 10.1016/j.matpr.2016.04.113.
- [11] T. G. Ho, T. D. Ha, Q. N. Pham, H. T. Giang, T. A. T. Do, dan N. T. Nguyen, "Nanosized perovskite oxide NdFeO<sub>3</sub> as material for a carbon-monoxide catalytic gas sensor," *Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 2, no. 1, 2011. Doi: 10.1088/2043-6262/2/1/015012.
- [12] Y. J. Hao, B. Li, R. H. Liu, dan F. T. Li, "Synthesis of NdFeO<sub>3</sub> perovskites in a reverse microemulsion and its visible light photocatalytic activity," *Adv. Mater. Res.*, vol. 282–283, no. 3, pp. 593–596, 2011. Doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.282-283.593.