

**INOVASI SINTESIS DAN PENINGKATAN SIFAT NANOKRISTAL 8YSZ
MELALUI METODE HIDROTERMAL DENGAN EKSTRAK DAUN
GAMBIR (*Uncaria gambir* Roxb.) SEBAGAI *CAPPING AGENT***

TESIS



**PROGRAM STUDI MAGISTER KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA FAKULTAS MIPA
UNIVERSITAS ANDALAS**

PADANG

2024

Inovasi Sintesis dan Peningkatan Sifat Nanokristal 8YSZ melalui Metode Hidrotermal dengan Ekstrak Daun Gambir (*Uncaria gambir* Roxb.) sebagai *Capping Agent*

Oleh : ALFIR RIZKI (2220412009)

(Dibawah bimbingan: Prof. Dr. Zulhadjri, M. Eng dan Dr. Eng. Yulia Eka Putri, M. Si)

Abstrak

Zirkonia yang distabilkan dengan yttria 8% (8YSZ) adalah senyawa yang terbentuk dari paduan zirkonia (ZrO_2) dan 0,08 mol oksida yttria (Y_2O_3). Struktur 8YSZ dapat disajikan sebagai ZrO_2 dengan sejumlah atom itrium (Y) yang tergantikan dalam struktur kristalnya, dapat dinyatakan sebagai $(\text{ZrO}_2)_{0,92}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0,08}$. Senyawa ini banyak digunakan sebagai elektrolit dalam sel bahan bakar oksida padat (SOFC) karena memiliki kestabilan dan konduktivitas ionik yang tinggi. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanopartikel 8YSZ menggunakan metode hidrotermal dengan penambahan *capping agent* yang berasal dari ekstrak daun gambir (*Uncaria gambir* Roxb.). Sintesis dilakukan dengan variasi pH (10 dan 12) menggunakan NaOH 3M dan suhu sintesis (150°C dan 180°C). Sintesis juga dilakukan untuk sampel ZrO_2 tanpa doping Y dan YSZ tanpa penambahan NaOH (pH=3). Hasil analisis XRD menunjukkan semua sampel 8YSZ memiliki fase kubik fluorit ($Fm-3m$), dengan ukuran kristal yang menurun seiring meningkatnya pH dan suhu dan penggunaan *capping agent*. Sampel ZrO_2 dan 8YSZ tanpa penambahan NaOH memperlihatkan adanya dua fasa yaitu monoklinik dan kubik. *Refinement* struktur terhadap data XRD menghasilkan penurunan parameter kisi dan volume sel pada 8YSZ kubik seiring meningkatnya pH, suhu dan penggunaan *capping agent*. Pemindaian morfologi butiran menggunakan SEM *mapping* memperlihatkan ukuran partikel yang kecil dengan tingkat aglomerasi rendah seiring meningkatnya pH, suhu dan penggunaan *capping agent*. Spektroskopi FTIR menampilkan mode getaran yang terkait dengan ikatan $\text{Zr}-(\text{Y})-\text{O}$ pada daerah sidik jari $\sim 415\text{ cm}^{-1}$ hingga 700 cm^{-1} . Ketergantungan nilai konduktivitas ionik dan energi aktivasi terhadap frekuensi ditentukan menggunakan LCR meter. Nilai konduktivitas ionik meningkat dengan peningkatan frekuensi, pH, suhu dan penggunaan *capping agent*. Peningkatan konduktivitas ionik dapat dikaitkan pada struktur kubik yang terbentuk pada setiap sampel. Energi aktivasi ditentukan melalui *fitting* nilai konduktivitas ionik menghasilkan perubahan nilai untuk setiap sampel yang diyakini sebagai pengaruh kecacatan pada kristal yang terbentuk. Perhitungan celah pita selaras dengan wilayah celah pita semikonduktor. Khususnya sampel YSZ 12 E-180 yang disintesis menawarkan potensi yang menjanjikan sebagai bahan elektrolit pada SOFC.

Kata kunci: 8YSZ, Hidrotermal, *Uncaria gambir* Roxb, Konduktivitas Ionik, *Nanocrystalline*.

Innovative Synthesis and Properties Enhancement of 8YSZ Nanocrystals via Hydrothermal Method with Gambier (*Uncaria gambir* Roxb.) Leaf Extract as a Capping Agent

by : ALFIR RIZKI (2220412009)

(Supervised by : Prof. Dr. Zulhadjri, M. Eng dan Dr. Eng. Yulia Eka Putri, M. Si)

Abstract

Zirconia stabilized with 8% yttria (8YSZ) is a compound formed from an alloy of zirconia (ZrO_2) and 0.08 mol of yttria oxide (Y_2O_3). The structure of 8YSZ can be presented as ZrO_2 with a number of yttrium (Y) atoms replaced in the crystal structure, it can be expressed as $(\text{ZrO}_2)_{0.92}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.08}$. This compound is widely used as an electrolyte in solid oxide fuel cells (SOFC) because it has stability and high ionic conductivity. In this research, 8YSZ nanoparticles were synthesized using the hydrothermal method with the addition of a capping agent derived from gambier leaf extract (*Uncaria gambir* Roxb.). Synthesis was carried out with varying pH (10 and 12) using 3M NaOH and synthesis temperature (150 °C and 180 °C). Synthesis was also carried out for ZrO_2 samples without Y doping and YSZ without the addition of NaOH (pH=3). The results of XRD analysis show that all 8YSZ samples have a cubic fluorite phase (*Fm-3m*), with crystal size decreasing as pH, temperature and use of capping agent increased. ZrO_2 and 8YSZ samples without the addition of NaOH show the presence of two phases, namely monoclinic and cubic. Refinement of the structure from XRD data resulted in a decrease in lattice parameters and cell volume in cubic 8YSZ as pH, temperature and use of capping agent increased. Scanning of granule morphology using SEM-mapping shows small particle sizes with low levels of agglomeration as pH, temperature and use of capping agents increase. FTIR spectroscopy displays vibrational modes associated with the Zr-(Y)-O bond in the $\sim 415\text{ cm}^{-1}$ to 700 cm^{-1} fingerprint region. The dependence of the ionic conductivity and activation energy values on frequency is determined using an LCR meter. The ionic conductivity value increases with increasing frequency, pH, temperature and use of capping agent. The increase in ionic conductivity can be attributed to the cubic structure formed in each sample. The activation energy is determined by fitting ionic conductivity values resulting in changes in values for each sample which are believed to be the influence of defects in the crystals formed. Band gap calculations align with the band gap region of semiconductors. In particular the synthesized YSZ 12 E-180 sample offers promising potential for electrolyte materials in SOFC.

Keywords: 8YSZ, Hydrothermal, *Uncaria gambir* Roxb, Ionic conductivity, nanocrystalline.