

APLIKASI DIFRAKSI SINAR-X UNTUK KARAKTERISASI CdS/POLIMER NANOKOMPOSIT DAN STABILITAS CdS/APTMS-AL-MCM-41 NANOKOMPOSIT

Eriawan Rismana¹, Hadi Nur² dan Salasiah Endud³

¹Pusat Teknologi Farmasi dan Medika (PTFM)-BPPT
Jl. M.H. Thamrin No. 8, Jakarta 10340, Indonesia

²Institut Ibnu Sina-Universiti Teknologi Malaysia
Malaysia

³Jurusan Kimia-Universiti Teknologi Malaysia
Jl. Semarak, 81310 UTM Skudai, Johor Darul Takzim, Kuala Lumpur, Malaysia

ABSTRAK

APLIKASI DIFRAKSI SINAR-X UNTUK KARAKTERISASI CdS/POLIMER NANOKOMPOSIT DAN STABILITAS CdS/APTMS-AL-MCM-41 NANOKOMPOSIT. Karakterisasi nanopartikel Kadmium Sulfida (CdS) pada nanokomposit CdS/Polimer dan stabilitas pola difraktogram struktur mesopori dari Al-MCM-41 pada nanokomposit CdS/APTMS-Al-MCM-41 telah dilakukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X. Polimer yang digunakan adalah poli(steren-divinilbenzen)tersulfonasi [SO₃H-P(S-DVB)]. Keberadaan nano partikel CdS dalam CdS/SO₃H-P(S-DVB) ditunjukkan oleh adanya puncak lebar pada difraktogram di posisi $2\theta = 26,40^\circ$; $43,75^\circ$ dan $52,00^\circ$ yang sesuai dengan pola difraktogram CdS nano bentuk kubik (111), (220) dan (311). Sedangkan stabilitas pola difraktogram dari CdS/APTMS-Al-MCM-41 ditunjukkan oleh adanya puncak tajam pada difraktogram di posisi $2\theta = 2,1^\circ$ (100) dan 3 puncak lemah di $2\theta = 3,7^\circ$ (110), $4,3^\circ$ (200) dan $5,5^\circ$ (210) yang menunjukkan pola difraktogram Al-MCM-41 sebagai matriks *host* dari CdS/APTMS-Al-MCM-41.

Kata kunci: Difraksi sinar-X, CdS/Polimer, CdS/APTMS-Al-MCM-41

ABSTRACT

APPLICATION OF X-RAY DIFFRACTION FOR CHARACTERIZATION OF CdS / POLYMER AND STABILITY OF CdS/APTMS-AL-MCM-4 NANOCOMPOSITES. The characterization of Cadmium Sulfide (CdS) nanoparticles on CdS/Polymer nanocomposite and stability of Al-MCM-41 mesoporous structure in CdS / APTMS-Al-MCM-41 nanocomposite were carried out using X-ray diffraction techniques. The polymer used is poly (Steren-divinilbenzen) sulfonated [SO₃H-P (S-DVB)]. The presence of nano-particles of CdS in CdS/SO₃H-P (S-DVB) is indicated by the peak width at diffractogram at position $2\theta = 26.40^\circ$; 43.75° and 52.00° corresponding to the pattern of CdS nano diffractogram cubic form (111), (220) and (311). Meanwhile the stability of diffractogram of CdS/APTMS-Al-MCM-41 nanocomposites was observed of a sharp peak at $2\theta = 2,1^\circ$ (100) and a series weak peaks at $2\theta = 3,7^\circ$ (110); $4,3^\circ$ (200); $5,5^\circ$ (210) that it's shown of diffractogram pattern of Al-MCM-41 as a host matrix of CdS/APTMS-Al-MCM-41.

Keywords: X-ray diffraction, CdS/Polymer, CdS/APTMS-Al-MCM-41

PENDAHULUAN

Perkembangan yang cepat di bidang nanoteknologi dalam tahun terakhir telah meningkatkan penelitian dan aplikasi bahan berukuran nano dalam berbagai bidang diantaranya katalis, elektro optikal [1], biosensor [2], fotokatalis [3], pertanian, elektrik, bahan maju, pangan, farmasi dan kesehatan. Salah satu penelitian yang banyak dilakukan adalah sintesis bahan nanokomposit yaitu memadukan dua bahan anorganik dan organik dengan salah satunya berukuran nano

menjadi bahan baru dengan sifat fisikokimia yang berbeda dengan sifat bahan aslinya. Kadmium sulfida (CdS) berukuran nano telah banyak disintesis dan dibuat menjadi bahan nanokomposit dengan bahan polimer atau bahan anorganik dan diteliti sifat fisikokimianya untuk beberapa aplikasi penting. nano CdS dapat disintesis dengan metode nanoreaktor, diantaranya menggunakan dendrimer [4], misel [5], agregasi [6], miniemulsi [7], blok kopolimer dan pengendapan.

Pada percobaan ini CdS nanokomposit yang memadukan nano CdS dengan polimer SO₃H-P(S-DVB) menjadi CdS/SO₃H-P(S-DVB) serta dengan bahan anorganik berstruktur mesopori APTMS-Al-MCM-41 menjadi CdS/APTMS-Al-MCM-41 telah disintesis dengan metode penukaran kation dan pengendapan.

Karakterisasi bahan nanokomposit juga telah dilakukan dengan berbagai teknik analisis seperti *UV-Vis DR*, *Fourier Transform-Infrared (FT-IR)*, *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Transmission Electron Microscope (TEM)* dan difraksi sinar-X. Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X telah digunakan dalam penelitian ini untuk menganalisis kualitatif adanya nanopartikel CdS pada CdS/SO₃H-P(S-DVB) dan stabilitas dari struktur mesopori matriks Al-MCM-41 pada CdS/APTMS-Al-MCM-41. Hasil karakterisasi difraksi sinar-X dan dukungan analisis lainnya menunjukkan keberadaan nano CdS pada CdS/SO₃H-P(S-DVB) dan stabilitas struktur mesopori dari Al-MCM-41 pada CdS/APTMS-Al-MCM-41.

METODE PERCOBAAN

Sintesis CdS/SO₃H-P(S-DVB)

Polimer P(S-DVB) telah disintesis dengan cara mikroemulsi *in-situ* dan dilanjutkan dengan proses sulfonasi untuk mendapatkan polimer SO₃H-P(S-DVB). Sistem mikroemulsi dibuat dengan mencampurkan natrium dodesil sulfat (SDS) sebagai surfaktan, 2-propanol sebagai ko-stabilizer, H₂O dan stiren-divinilbenzen sebagai fasa minyak. Sintesis dilakukan dengan cara mengaduk campuran 2,5 mL 2-propanol, 1,80 g stiren, 0,60 g divinilbenzen dan 2,2'-azobisisobutironitril (AIBN) selama 1 jam. Kemudian ke dalam campuran ditambahkan 20 mL SDS 0,1 M dan dilakukan proses ultrasonikasi selama 15 menit serta pengadukan lanjutan selama 1 jam. Proses polimerisasi dilakukan pada suhu 70 °C sampai dengan 80 °C selama 6 jam. Polimer yang terbentuk disaring dan dicuci dengan air, etanol dan metanol untuk menghilangkan sisa surfaktan dan monomer lalu dikeringkan pada suhu 100 °C selama 4 jam.

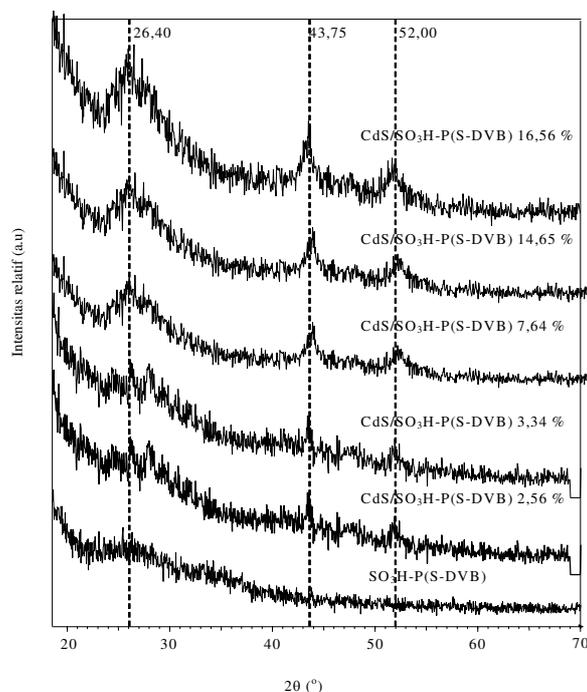
Polimer SO₃H-P(S-DVB) disintesis dengan cara mereaksikan P(S-DVB) dengan H₂SO₄/SO₃. Proses sulfonasi dilakukan dengan menambahkan 10,0 mL H₂SO₄/SO₃ secara bertahap pada 0,5 g of P(S-DVB). Campuran reaksi dipertahankan suhunya pada 50 °C selama 1 jam sambil diaduk perlahan, kemudian campuran diencerkan dengan air. Polimer SO₃H-P(S-DVB) yang terbentuk disaring dan dicuci dengan air sampai pH netral serta dikeringkan pada suhu 100 °C selama 4 jam. Preparasi CdS/SO₃H-P(S-DVB) dilakukan secara penukaran kation dan pengendapan menggunakan ion kadmium dan sulfida pada berbagai konsentrasi.

Sintesis CdS/APTMS-Al-MCM-41

Al-MCM-41 disintesis dengan teknik yang sudah ada dan dikembangkan oleh peneliti sebelumnya [12]. Komposisi campuran gel adalah mengikuti perbandingan x Al₂O₃ : 6 SiO₂ : CTAB : 1,5 N₂O : 0,15 (NH₂)O : 250 H₂O dengan Natrium aluminat sebagai sumber Al-MCM-41 dengan perbandingan SiO₂ : Al₂O₃ = 60 : 40, sehingga komposisi gel yang akan disintesis adalah 0,10 Al₂O₃ : 6 SiO₂ : CTAB : 1,5 N₂O : 0,15 (NH₂)O : 250 H₂O. Al-MCM-41 yang terbentuk dan sudah dikalsinasi kemudian dimodifikasi dengan bahan sililasi yakni 3-Aminopropil Trimetoksi Silan (APTMS), dengan mencampurkan 1,5 g Al-MCM-41 dengan larutan APTMS (50 mL, 0,8 M) dalam diklorometan selama 1 malam disertai pengadukan. CdS/APTMS-Al-MCM-41 disintesis dengan metode penukaran ion dan pengendapan dengan ion kadmium dan sulfida dengan berbagai konsentrasi.

Karakterisasi

Sampel telah dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X untuk menentukan kristanilitas, adanya dan jenis fasa dari nano CdS serta stabilitas struktur mesopori dari Al-MCM-41. Pengukuran dilakukan dengan *XRD Bruker Advance D8* dengan difraktometer Cu Kα (λ = 1,5405 Å) pada 40 kV dan 40 mA. Spektrum *UV-Vis DR* diukur menggunakan Perkin-Elmer Lambda 900 *UV/VIS/NIR* spektrometer pada rentang panjang gelombang 380 nm hingga 600 nm. Sedangkan spektrum *Fourier Transform-Infrared (FT-IR)* telah diukur



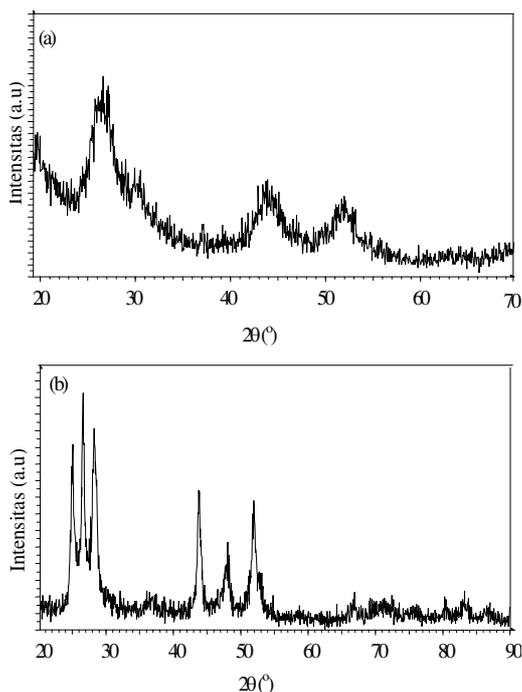
Gambar 1. Difraktogram polimer SO₃H-P(S-DVB) dan CdS/SO₃H-P(S-DVB) nanokomposit pada berbagai konsentrasi.

menggunakan FT-IR spektrometer-Shimadzu, dengan resolusi 2 cm^{-1} dan waktu *scan* 10 detik. Sampel juga telah dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Transmission Electron Microscope (TEM)*.

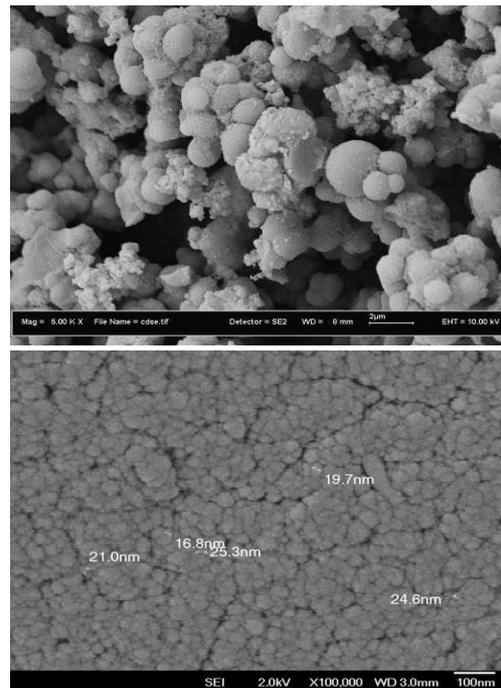
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraktogram dari polimer $\text{SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ dan nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ dengan berbagai konsentrasi CdS ditunjukkan pada Gambar 1. Polimer sebagai matriks tidak menunjukkan adanya puncak khas pada difraktogram, sedangkan $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ nanokomposit pada konsentrasi nano CdS 2,56 % dan 3,34 % menunjukkan 2 puncak lebar pada $2\theta = 43,75^\circ$ dan $2\theta = 52,00^\circ$. Sedangkan pada konsentrasi CdS $> 3,34\%$, nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ menunjukkan 3 puncak lebar pada posisi $2\theta = 26,40^\circ$; $43,75^\circ$ dan $52,00^\circ$.

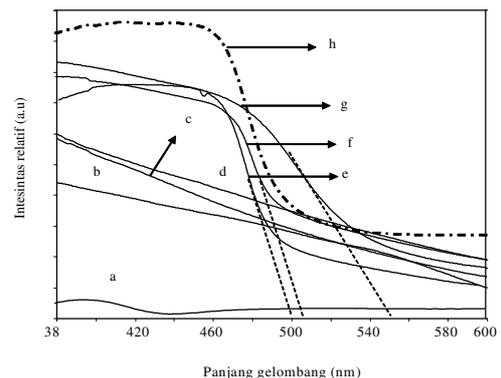
Sebagai perbandingan, difraktogram dari nano CdS dan *bulk* CdS ditunjukkan pada Gambar 2(a) dan Gambar 2(b). Pola difraktogram dari CdS polimer nanokomposit dan nano CdS, menunjukkan puncak lebar pada $2\theta = 26,4^\circ$, $43,7^\circ$, $52,0^\circ$ dan hal ini sesuai dengan pola hamburan indeks (111), (220), (311) and (200) yaitu CdS kubik [8]. Sedangkan *bulk* CdS menunjukkan puncak tajam dan sempit pada posisi 2θ yang sama. Puncak yang lebar dari difraktogram menunjukkan terbentuknya nano CdS, sedangkan intensitas lemah dari puncak menunjukkan homogen dispersi nano CdS pada polimer matriks. Oleh karena itu berdasarkan analisis difraksi sinar-X dapat disimpulkan bahwa CdS pada nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ adalah berukuran nanometer.



Gambar 2. Difraktogram (a). nano CdS dan (b). *bulk* CdS.



Gambar 3. Foto SEM $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ nanokomposit pada perbesaran 5000X dan 100.000X.



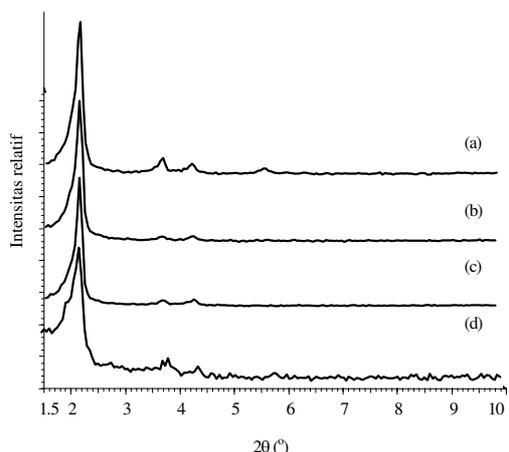
Gambar 4. Spektrum UV-Vis DR (a). P(S-DVB), (b). $\text{SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$, (c). $\text{CdS/SO}_3\text{-P(S-DVB)}$ 2,56 % (d). $\text{CdS/SO}_3\text{-P(S-DVB)}$ 3,34 %, (e). $\text{CdS/SO}_3\text{-P(S-DVB)}$ 7,64 % (f). $\text{CdS/SO}_3\text{-P(S-DVB)}$ 14,65 % (g). $\text{CdS/SO}_3\text{-P(S-DVB)}$ 16,56 % dan (h). Nanopartikel CdS.

Terbentuknya nano CdS pada $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ nanokomposit juga didukung dari hasil analisis SEM dan UV-Vis DR dari nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$. Gambar 3 menunjukkan foto SEM dari nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ pada perbesaran 5.000 kali dan 100.000 kali. Foto SEM secara jelas menunjukkan bahwa nano CdS terbentuk di sekeliling permukaan polimer $\text{SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$ yang berbentuk bulat secara homogen dengan ukuran partikel CdS antara 16 nm hingga 25 nm.

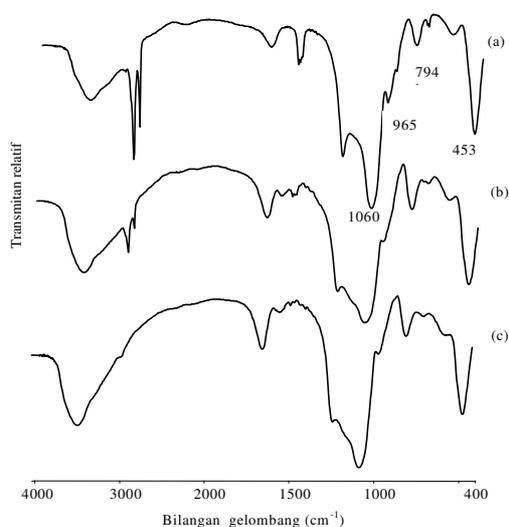
Gambar 4 menunjukkan spektrum UV-Vis DR dari polimer, nanopartikel CdS dan nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$. Berdasarkan *absorption onset wavelength* spektrum nanopartikel CdS yang ditentukan dari spektrum UV-Vis DR dapat dilihat bahwa terjadi pergeseran biru pada nilai panjang gelombang dari nanokomposit $\text{CdS/SO}_3\text{H-P(S-DVB)}$. Pergeseran biru ini

berhubungan erat dengan kecilnya ukuran partikel CdS. Dari spektrum *UV-Vis DR* juga dapat dilihat bahwa polimer dan polimer yang sudah disulfonasi tidak menunjukkan adanya spektrum yang khas, sehingga dapat disimpulkan pergeseran biru pada spektrum *UV-Vis DR* memang diakibatkan oleh keberadaan nano CdS.

Difraktogram dari Al-MCM-41, APTMS-Al-MCM-41, Cd²⁺-APTMS-Al-MCM-41, CdS-APTMS-Al-MCM-41 ditunjukkan pada Gambar 5. Difraktogram menunjukkan adanya puncak pada rentang $2\theta = 1,5^\circ$ hingga $2,5^\circ$, $3,5^\circ$ hingga $4,0^\circ$, $4,0^\circ$ hingga $4,0^\circ$ dan $5,5^\circ$ hingga $6,0^\circ$. Puncak-puncak tersebut merupakan puncak yang khas dari struktur heksagonal MCM-41 yang terdiri dari puncak tajam dengan intensitas kuat pada $2\theta = 1,8^\circ$ hingga $2,4^\circ$ serta tiga puncak dengan intensitas lemah pada $2\theta = 3,5^\circ$ hingga $4,10^\circ$, $4,3^\circ$ hingga $4,8^\circ$ dan $5,6^\circ$ hingga $6,0^\circ$ [9-11]. Difraktogram menunjukkan bahwa Al-MCM-41 sebagai matriks mempunyai struktur yang sesuai dengan struktur MCM-41. Data ini juga menunjukkan bahwa berdasarkan



Gambar 5. Difraktogram dari (a). Al-MCM-41 (b). APTMS-Al-MCM-41 (c). Cd²⁺-APTMS-Al-MCM-41 dan (d). CdS-APTMS-Al-MCM-41.

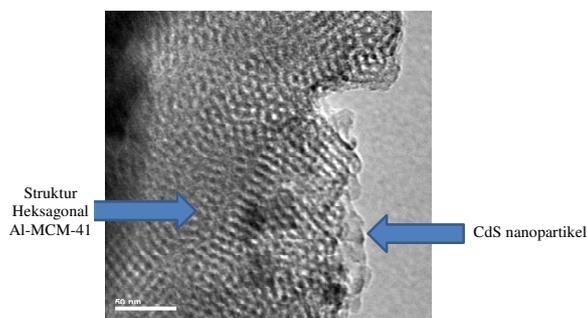


Gambar 6. Spektrum *FT-IR* (a). Al-MCM-41, (b). APTMS-Al-MCM-41 dan (c). CdS-APTMS-Al-MCM-41.

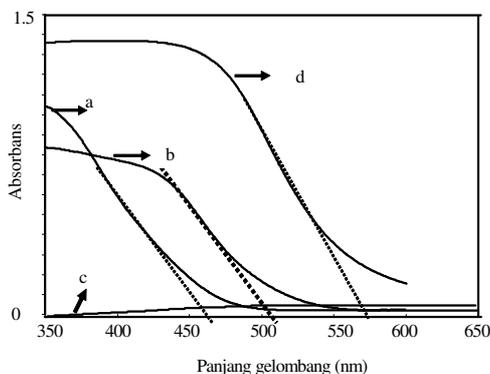
pola puncak difraktogram pada APTMS-Al-MCM-41 dan nanokomposit CdS-APTMS-Al-MCM-41 maka kedua bahan masih mempunyai struktur Al-MCM-41 yang stabil, walaupun terlihat adanya penurunan intensitas puncak karena penurunan keteraturan struktur akibat modifikasi Al-MCM-41 melalui proses sililasi dan penambahan CdS. Stabilitas struktur Al-MCM-41 ini didukung oleh data analisis *FT-IR* dan *TEM*.

Gambar 6 menunjukkan spektrum *FT-IR* dari Al-MCM-41, APTMS-Al-MCM-41 dan CdS-APTMS-Al-MCM-41. Semua spektrum menunjukkan adanya 4 puncak khas yaitu pada bilangan gelombang 453 cm⁻¹, 794 cm⁻¹, 965 cm⁻¹ dan 1.060 cm⁻¹. Puncak pada 1.060 cm⁻¹ adalah puncak vibrasi ulur O-Al-O, 794 cm⁻¹ adalah puncak vibrasi ulur simetris O-Al-O, 965 cm⁻¹ adalah puncak Si-O-Si dan 453 cm⁻¹ adalah puncak vibrasi tekuk Si-O atau Al-O yang khas untuk Al-MCM-41. Hasil ini menunjukkan bahwa proses sililasi, penukaran ion dan pengendapan CdS tidak mengakibatkan kerusakan pada struktur heksagonal Al-MCM-41. Spektrum *FT-IR* juga memperlihatkan penurunan intensitas puncak absorpsi pada 2.918 cm⁻¹ and 1.488 cm⁻¹ akibat penukaran oleh ion kadmium dan sulfida.

Stabilitas struktur Al-MCM-41 menurut hasil analisis difraksi sinar-X dan *FT-IR* juga didukung oleh hasil analisis *TEM*. Gambar 7 menunjukkan foto *TEM* dari CdS/APTMS-Al-MCM-41 yang secara jelas memperlihatkan keteraturan dan stabilitas struktur heksagonal Al-MCM-41 serta adanya CdS partikel di permukaan Al-MCM-41.



Gambar 7. Foto *TEM* CdS/APTMS-Al-MCM-41.



Gambar 8. Spektrum *UV-Vis DR* (a). CdS-APTMS-Al-MCM-41, (b). CdS-Al-MCM-41 (c). Al-MCM-41 dan (d). *bulk* CdS.

Adanya nanopartikel CdS pada nanokomposit CdS/APTMS-Al-MCM-41 selain telah dianalisis secara *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)*, juga ditunjukkan oleh hasil analisis *UV-Vis DR*. Gambar 8 menunjukkan spektrum *UV-Vis DR* dan adanya pergeseran biru *absorption onset wavelength* CdS/APTMS-Al-MCM-41 yang diakibatkan oleh adanya nano CdS.

KESIMPULAN

Berdasarkan adanya puncak-puncak khas yang dapat diamati pada difraktogram di posisi 2θ tertentu, maka analisis difraksi sinar-X dapat digunakan untuk karakterisasi nanopartikel CdS pada nanokomposit CdS/SO₃H-P(S-DVB) dan kestabilan struktur mesopori dari Al-MCM-41 sebagai matriks rumah dari nanokomposit CdS/APTMS-Al-MCM-41. Data analisis difraksi sinar-X dan didukung oleh hasil analisis dan karakterisasi dengan teknik *FT-IR*, *UV-Vis DR*, *SEM* dan *TEM* menunjukkan keberadaan nano CdS termasuk jumlah dan ukurannya serta stabilitas struktur berongga mesopori dari Al-MCM-41.

DAFTAR ACUAN

- [1]. S. TIWARI and S. TIWARI, *Cryst. Res. Technol.*, **41** (1) (2006) 78-82
- [2]. CHEN X., WANG X., LIU L., YANG D. and FAN L., *Anal. Chim. Acta.*, **542** (2005) 144-150
- [3]. HIRAI T. and BANDO Y., *J. Coll. Interf. Sci.*, **288** (2005) 513-516
- [4]. CROOKS R. M., ZHAO M., SUN L., CHECHIK V. and YEUNG L. K., *Acc. Chem. Res.*, **34** (2001) 181-190
- [5]. DUTTA P. and FENDLER J. H., *J. Coll. Interf. Sci.*, **247** (2002) 47-53
- [6]. LIBERT S., GORSHKOV V., PRIVMAN V., GOIA D. and MATIJEVIC E., *Adv. Coll. Interf. Sci.*, **100-102** (2003) 169-183
- [7]. J. S. NUNES, C. L. DE VASCONCELOS, F. A. O. CABRAL, J. H. DE ARAUJO, M. R. PEREIRA and J. L. C. FONSECA, *Polymer*, **47** (2006) 7646-7652
- [8]. C. C. WANG, A. L. CHEN and I. H. CHEN, *Journal of Colloid and Interface Science*, **293** (2) (2005) 421-429
- [9]. WEI XU, Y. LAO, D. L. AKINS, *J. Phys. Chem. B*, **106** (2002) 11127-11131
- [10]. Z. ZHANG, S. DAI, X. FAN, D. A. BLOM, S. J. PENNYCOOK and Y. WEI, *J. Phys. Chem. B*, **29** (2001) 6755-6758
- [11]. W. S. CHAE, J. H. KO, I. W. HWANG, Y. R. KIM, *Chemical Physics Letter*, **365** (2002) 49-56
- [12]. J. M. KIM, J. H. KWAK, S. JUN, R. RYOO, *J. Phys. Chem.*, **99** (1995) 16743-16747