PENGARUH ANION GARAM LOGAM TERHADAP PEMBENTUKAN NANOKOMPOSIT LOGAM (Cu, Ni)–SiO_2 MELALUI PROSES POLIMERISASI KOMPLEKS

Rahmayeni, Yeni Stiadi, Novi Cahyadi, Adam Zulma
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas
Email : rahmayenni83@yahoo.com

ABSTRAK

Nanokomposit logam (Cu, Ni)-SiO_2 telah dibuat melalui proses polimerisasi kompleks dengan menggunakan TEOS dan garam logam sebagai prekursor dan asam sitrat sebagai pengompleks. Pada penelitian ini digunakan garam logam dengan anion yang berbeda untuk melihat pengaruh perbedaan anion garam terhadap pembentukan komposit. Karakterisasi komposit dilakukan dengan foto optik, x-ray diffractometer (XRD) dan scanning electron microscope (SEM). Pola difraksi XRD memperlihatkan terbentuknya kristal nikel oksida (NiO) pada komposit yang ditunjukan pada 2θ: 37,2; 43,3; 62,8; 75,3; dan 79,3 dan tembaga oksida (CuO) yang ditunjukan pada 2θ 35,3; 38,50; 48,6; 61,4; dan 67,9. Ukuran partikel NiO adalah 42,24 nm dan CuO 103,163 nm jika menggunakan prekursor garam logam dengan anion sulfat dan ukuran partikel NiO 10,07 nm dan CuO 27,4 nm jika menggunakan prekursor garam logam dengan anion nitrat. Karakterisasi dengan foto optik dan SEM memperlihatkan bentuk permukaan yang lebih homogen adalah komposit yang dibuat dengan menggunakan prekursor garam logam yang mengandung anion nitrat.

Key words:

Anion garam, nanokomposit logam–SiO_2, polimerisasi kompleks

1. PENDAHULUAN

Nanokomposit logam-SiO_2 mendapat perhatian ahli kimia karena aplikasinya dalam dunia industri cukup banyak seperti sebagai katalisator, semikonduktor, sensor gas, magnetik dan optik apalagi nanokomposit dengan distribusi ukuran partikel yang merata dan range yang sempit. Hal ini berkaitan dengan sifat-sifat dari material ini yang sangat baik seperti kereaktifan yang sangat tinggi, aktivitas katalitik yang baik, stabil dan bersifat optik (Ulrich 2000, Leite 2002, Fukuoka 2004)

Beberapa metoda telah digunakan untuk mensintesis nanokomposit antara lain metoda basah seperti pengendapan, hidrotermal, sol gel, mikro emulsi dan jalur peroksida (PBR). Metoda lain yang juga telah digunakan adalah sintesis dari fasa gas, aerosol gas, sonochemistry, pemakaian gelombang ultrasonik dan penghalusan mekanik yang menggunakan bola tungsten karbida. Dari beberapa metoda tersebut, permasalahan yang dimiliki material nanopartikel yang dihasilkan adalah kecenderungan mengalami penggumpalan dan nanopartikel logam terdapat pada permukaan nanokomposit, sehingga mudah terdegradasi oleh lingkungan membentuk lapisan oksida, hal ini berpengaruh terhadap potensial aktivitas katalitiknya. Homogenitas dari partikel didalam matrik sangat menentukan terhadap sifat materi yang dihasilkan. Oleh karena itu nanopartikel logam harus terdistribusi secara merata didalam matriks nanokomposit (Fujimoto 2001, Armelao 2005, Camargo 2001)

Penggumpalan nanopartikel dalam matrik bahkan pengoksidasian pada permukaan dapat diatasi dengan pengembangan nanokomposit yang logamnya didispersikan ke dalam fasa anorganik. Matrik yang menjadi fasa tempat nanopartikel logam didispersikan dapat berupa suatu mesopori, meso kristal atau suatu substrat dalam bentuk wafer yang tergantung pada metoda yang digunakan dan hasil yang diinginkan. Untuk tujuan ini metoda polimerisi kompleks dapat digunakan untuk mensintesis nanokomposit dengan hasil yang lebih baik. Metoda polimerisasi kompleks pernah dilakukan terhadap pembuatan nanokomposit logam Fe dan Ag, dimana partikel logam tersebut terbenam dalam matrik silika dan terdistribusi secara homogen. Keunggulannya nanokomposit yang dihasilkan dari metoda ini memiliki aktivitas yang sangat baik. Metoda tersebut juga telah digunakan untuk mensintesis nano komposit logam (Ni, Cu, Co dan Cr)–SiO_2 dengan menggunakan asam sitrat sebagai pengompleks. Metoda ini berdasarkan pada pembentukan polimer hibrid dengan silikon sebagai komponen rantai makromolekul dan kation logam ditahan dalam struktur makromolekul. Perlakuan pirolisis yang terkontrol terhadap material organik menghasilkan pereduksian terhadap garam Ni dan gas CO/CO_2 (Leite 2002, Rahmayeni 2007, Armelao 2005).

Pembentukan nanokomposit dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti pelarut, temperatur, konsentrasi dan jenis prekursor yang digunakan. Pada penelitian kali ini dilakukan pembuatan nanokomposit nanokomposit logam (Ni, Cu)-SiO_2 menggunakan mengunakan TEOS dan garam logam sebagai prekursor dan asam sitrat sebagai pengompleks. Dalam penelitian ini digunakan garam logam dengan anion yang berbeda untuk melihat pengaruh perbedaan anion garam terhadap pembentukan komposit. Karakterisasi komposit dilakukan dengan foto optik, X-ray diffractometer (XRD) dan Scanning electron microscope (SEM). Penelitian ini merupakan bagian dari rangkaian penelitian yang telah dilakukan sebelumnya.

2. METODE DAN BAHAN

Bahan

Bahan kimia yang digunakan pada penelitian ini adalah tembaga(II) nitrat trihidrat (Merck), tembaga(II) asetat monohidrat (Merck), tembaga(II) sulfat pentahidrat (Merck), tembaga(II) klorida dihidrat (Merck), nikel(II) nitrat heksahidrat (Merck), nikel(II) asetat heksahidrat (Merck), nikel(II) sulfat heksahidrat (Merck), nikel(II) klorida heksahidrat (Merck), Tetra Ethyl Ortho Silicate(TEOS) (Aldrich, 99%), asam sitrat (Merck), etilen glikol, dan etanol 98%.

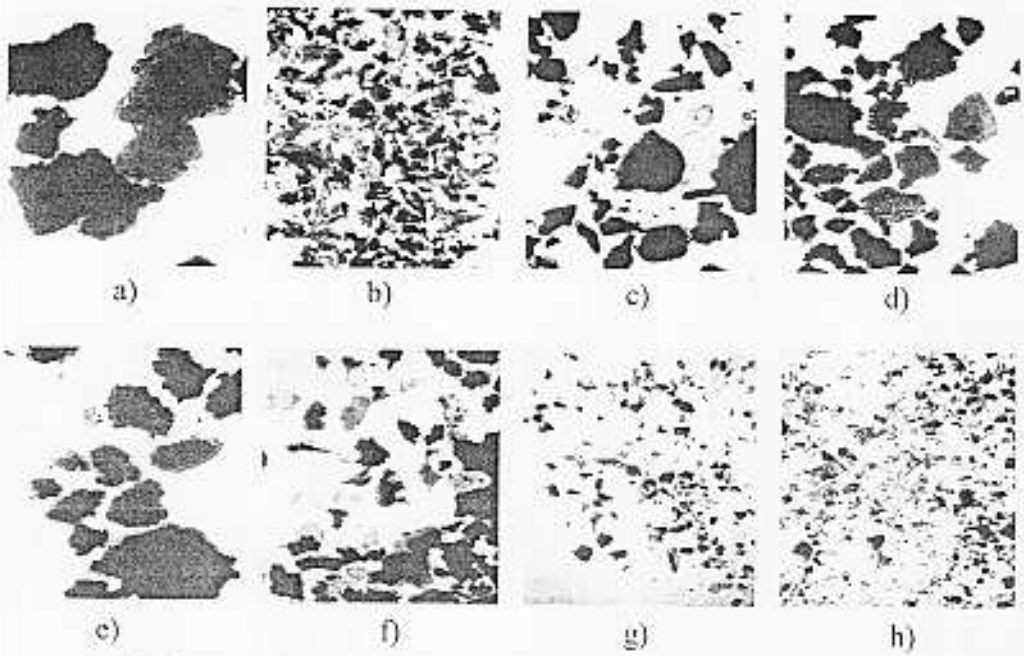
Metode

Nanokomposit logam (Cu, Ni)-SiO_2 dibuat dengan cara sebagai berikut, sebanyak 0.2 mol asam sitrat dilarutkan dalam 250 mL etanol. Pada bagian lain sebanyak 0,0167 mol garam hidrat sebagai sumber logam dengan variasi anion garam hidrat dicampur dengan 0,05 mol tetraethylorthosilicate (TEOS). Campuran TEOS-garam logam dimasukan ke dalam larutan asam sitrat-etanol yang telah disiapan sebelumnya. Campuran kemudian diaduk selama 15 menit untuk mendapatkan campuran yang homogen dan didiamkan selama 7 hari untuk menyempurnakan proses pembentukan kompleks. Tahap berikutnya ditambahkan etilen glikol pada campuran homogen Si-

sitrat untuk membentuk polimer dari TEOS/asam tartarat/etilen glikol. Penyempurnaan proses polimerisasi dilakukan dengan pemanasan pada temperatur 90-120^{0}C selama 3 jam. Gel yang dihasilkan dari hasil pemanasan yang merupakan polimer tersebut dianalisis dengan peralatan TGA. Nanokomposit terbentuk setelah melalui proses pirolisis dari prekursor polimer (gel). Pirolisis ini dilakukan dua tahap, tahap pertama adalah pada suhu 250^{0}C (suhu yang didapatkan dari analisis dengan TGA) yang merupakan tahap pemecahan senyawa-senyawa organik dari prekursor polimer. Dalam tahap ini prekursor dipanaskan selama 3 jam dengan adanya udara. Hasil pirolisis ini diamati dengan peralatan FTIR. Setelah tahap ini sampel digiling untuk mendapatkan bubuk yang halus yang kemudian dipirolisis lagi pada temperatur yang lebih tinggi yaitu 700^{0}C. Nanokomposit yang terbentuk dikarakterisasi dengan peralatan foto optik, XRD dan SEM.

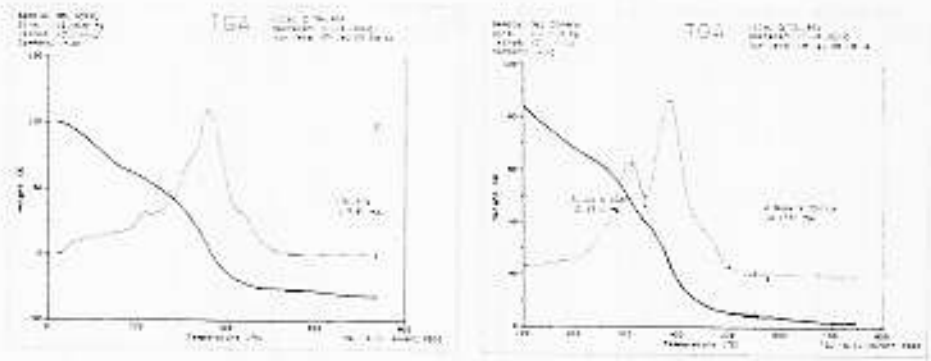
2. HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1 memperlihatkan foto optik sampel komposit setelah dipirolisis yang dibuat dengan menggunakan prekursor logam dengan anion yang bervariasi. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa komposit yang dibuat dengan prekursor garam logam dengan anion sulfat, asetat dan klorida butirannya tidak homogen dan berbongkah-bongkah sedangkan dengan prekursor garam logam dengan anion nitrat lebih halus dan homogen. Hal ini disebabkan karena anion-anion tersebut diperkirakan tidak keluar dengan sempurna selama proses pirolisis terutama untuk anion sulfat dan klorida. Sedangkan untuk anion nitrat dapat keluar dengan sempurna dalam bentuk gas NO selama proses pirolisis sehingga lebih homogen. Adanya anion yang tertinggal dapat mengganggu proses pembentukan komposit dan pengkristalan nanopartikelnya karena dihalangi oleh anion-anion tersebut. Secara fisik komposit yang dibuat dengan prekursor garam dengan anion sufat lebih keras, klorida dan asetat agak keras sedangkan nitrat rapuh. Partikel yang rapuh akan memudahkan proses penggilingan dan analisis lebih lanjut.



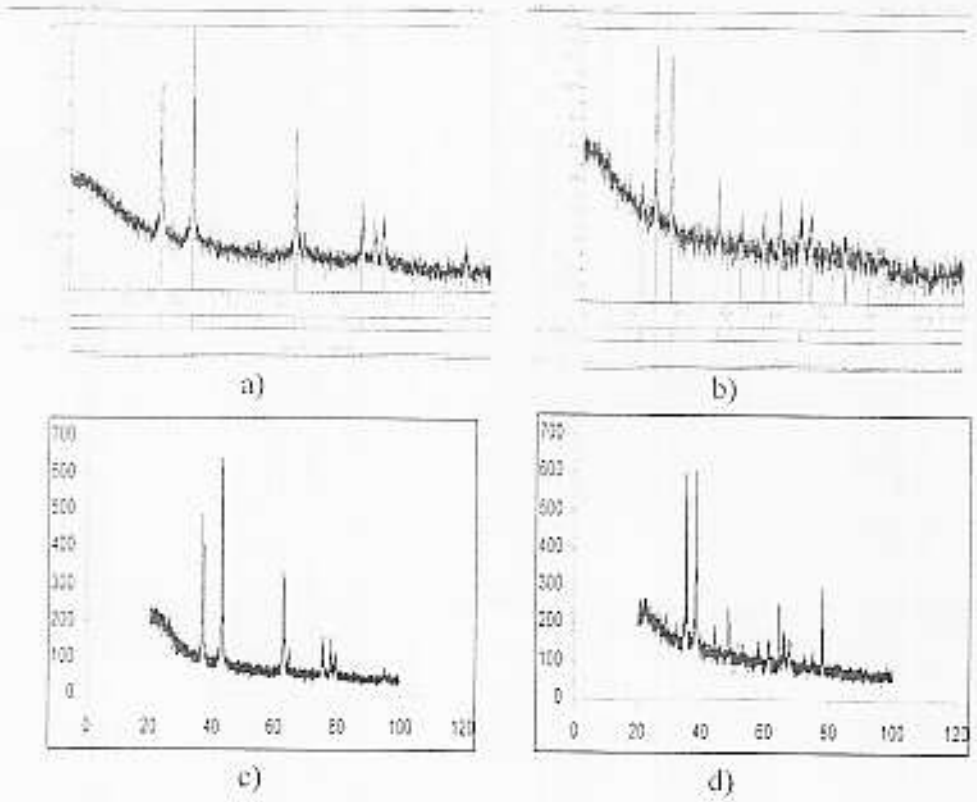
Gambar 1. Foto optik komposit dengan prekursor garam logam a) Ni-sulfat b) Cu-sulfat c) Ni-asetat, d) Cu asetat, e) Ni-klorida, f) Cu-klorida, g) Ni-nitrat, h) Cu-nitrat

Pada gambar 2 dapat dilihat kuva TGA dari sampel setelah pemanasan 90-120°C dengan prekursor garam logam nitrat. Dari kurva didapatkan terjadi penurunan berat yang drastis pada suhu 250 °C yang disebabkan hilangnya molekul pelarut dan terjadinya penguraian senyawa organik dari gel.



Gambar 2. Kurva TGA dari sampel yang dianalisis setelah pemanasan 90-120 °C dengan prekursor garam logam a.) Ni-nitrat dan b). Cu-nitrat

Oleh karena itu suhu 250 °C dipilih sebagai suhu pirolisis sampel tahap pertama. Pada kurva DTG untuk logam nikel terdapat satu puncak yang lebar pada suhu sekitar 250 –450 °C dan pada kurva untuk logam tembaga terdapat 2 puncak yaitu pada suhu sekitar 250–300 °C dan 300-450 °C. Ini menunjukkan proses pelepasan material hasil dekomposisi yang berbeda dari segi kuantitatif. Sedangkan pada suhu diatas 600 °C, kurva TGA dan DTG untuk kedua logam sudah mulai datar. Pada suhu 700 °C sudah tidak terlihat lagi adanya perubahan berat, oleh sebab itu suhu 700 °C dipilih sebagai suhu pirolisis sampel tahap ke dua.

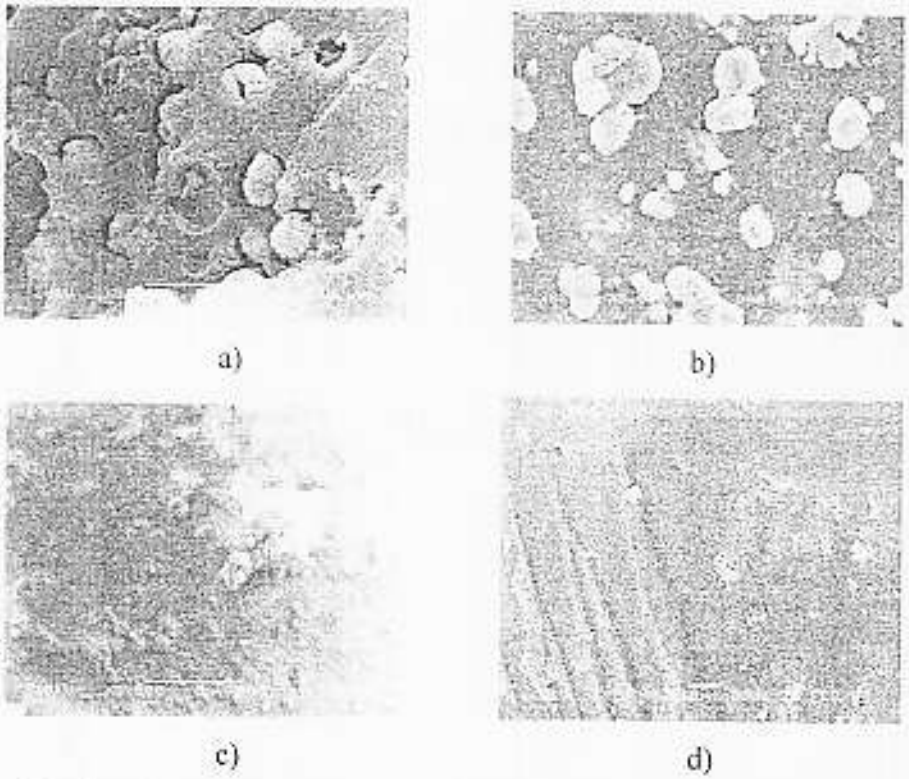


Gambar 3. Pola difraksi XRD untuk nanokomposit dengan prekursor logam a). Ni-sulfat, b). Cu-sulfat, c). Ni-nitrat dan d). Cu-nitrat

Pola difraksi sinar-X untuk nanokomposit yang dibuat dengan prekursor garam logam sulfat (gambar 3a dan 3b) dan nitrat (gambar 3c dan 3d). Dari pola ini dapat

dilihat munculnya puncak-puncak dengan intensitas yang berbeda–beda. Intensitas yang signifikan terdapat pada 2θ : 37,2; 43,3; 62,8; 75,3; dan 79,3°. Dari pola difraksi XRD terdapat indikasi terbentuknya tembaga oksida (CuO). CuO memiliki sudut difraksi 2θ dengan intensitas yang signifikan pada 35,3; 38,50; 48,6; 61,4; dan 67,9 dengan. Ukuran partikel NiO adalah 42,24 nm dan CuO 103,163 nm jika menggunakan prekursor garam logam dengan anion sulfat dan ukuran partikel NiO 10,07 nm dan CuO 27,4 nm jika menggunakan prekursor garam logam dengan anion nitrat.

Pada data pengukuran gambar b), terdapat beberapa puncak yang terbaca diantaranya puncak dengan intensitas yang cukup tajam pada 2θ 37,270°, 2θ 43,275° dan 2θ 62,875°



Gambar 4. Foto SEM nanokomposit dengan prekursor logam a). Ni-sulfat, b). Cu-sulfat, c). Ni-nitrat dan d). Cu-nitrat

Morfologi permukaan dari nanokomposit yang dihasilkan dapat diamati pada foto SEM yang terdapat pada gambar 4. Gambar 4a dan 4b adalah bentuk permukaan komposit yang dibuat dengan prekursor garam logam dengan anion sulfat yang terlihat kasar dan adanya penumpukan pada beberapa tempat. Gambar 4c dan 4c adalah bentuk permukaan komposit yang dibuat dengan prekursor garam logam dengan anion nitrat yang terlihat lebih halus dan homogen.

5. KESIMPULAN

Nanokomposit logam (Cu, Ni)-SiO_2 dapat dibuat melalui proses polimerisasi kompleks. Pola difraksi XRD memperlihatkan terbentuknya kristal oksida logam NiO dan CuO dalam komposit dengan ukuran partikel NiO adalah 42,24 nm dan CuO 103,163 nm jika menggunakan prekursor garam logam dengan anion sulfat dan ukuran partikel NiO 10,07 nm dan CuO 27,4 nm jika menggunakan prekursor garam logam dengan anion nitrat. Karakterisasi dengan foto optik dan SEM memperlihatkan bentuk permukaan yang lebih homogen adalah komposit yang dibuat dengan menggunakan prekursor garam logam yang mengandung anion nitrat.

DAFTAR PUSTAKA

Armelao L., D. Barrecca, and G. Bottaro, Copper-Silica Nanocomposites Tailor by the Sol-Gel Route, *Chem. Mater.*, 2005. 17, 1450 – 1456.

Camargo E. R., M. Popa, J. Frantti, and M. Kakihana, *Chem. Mater. 13*, 2001, 3943 – 3948.

Fujimoto T, S. Terauchi, H. Umehara, I. Kojima, and W. Henderson, *Chem. Mater. 13*, 2001. 1057 – 1060.

Fukuoka A., H. Araki, J. I. Kimura, Y. Sakamoto, T. Higuchi, N. Sugimono, S. Inagahi, M. Ichikawa. *Mater Chem.* 2004. 14. 752 – 756

Leite E. R., N. L. V. Carreno, E. Longo, and F. M. Pontes, *Chem. Mater*, 2002, 14, 3722 – 3729.

Rahmayeni, Yeni stiadi, *Pembuatan Nanokomposit logam (Cu,Ni)-SiO_2 dengan menggunakan asam tartarat sebagai pembentuk kompleks*, 2007

Schubert U., N. Husing, *Syntheiss Inorganic Material*, 2000, Germany; Wiley – VCH,.

Ulrich S., and N. Husing, *Synthesis of Inorganic Materials*, 2000 Wiley-VCH Germany