

Pembentukan Nanokomposit (Co-Zn) Dengan *Host* SiO₂ Melalui Proses Sol-Gel

Zulhadjri, MEng, Prof. Dr. Novesar Jamarun MS, Reni Deswanti

Jurusan Kimia-FMIPA Universitas Andalas, Padang 25163

INTI SARI

Penelitian pembuatan nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ melalui proses sol-gel telah dilakukan dengan menggunakan kobal nitrat, seng klorida, TEOS, propanol, H₂O dan HNO₃ dengan bervariasi konsentrasi logam Co dan Zn. Dari hasil pengamatan didapatkan gel nanokomposit yang bagus dengan perbandingan konsentrasi [Co]:[Zn] = 3,3 : 6,6% dan 7,5:2,5%. Hasil analisis FTIR terhadap kedua gel nanokomposit menunjukkan adanya ikatan Si-O-Si dan Si-O-M (M= Co,Zn). Pola difraksi sinar-X dari hasil pemanasan pada suhu 800 °C dari kedua nanokomposit menyatakan bahwa produk berada dalam fasa amorf. Mikrograf SEM memperlihatkan morfologi permukaan produk yang terbentuk dengan adanya partikel yang tumbuh yang diduga merupakan logam yang tersebar dipermukaan matrik silika. Untuk nanokomposit dengan konsentrasi [Co]:[Zn] = 3,3:6,6% permukaan matrik silika berpori, sedangkan pada [Co]:[Zn] = 7,5:2,5% permukaan matrik silika rata.

Kata kunci: nanokomposit, host SiO₂, sol-gel

ABSTRACT

Preparation of the composites (Co-Zn)SiO₂ nanocluster have been done by sol-gel method using cobalt nitrate, zinc chloride, TEOS, propanol, aquades and nitric acid as the starting materials with the variation of Co and Zn concentrations. The good gels of (Co-Zn)SiO₂ nanocluster was given by ratio 3,3:6,6% and 7,5:2,5% of Co and Zn concentrations. FTIR analysis showed that both of the gels contains Si-O-Si and Si-O-M (M= Co,Zn) bondings. Characteristics of the gels heated at 800 °C by X-ray diffraction revealed that composites has the amorf phase and by the scanning electron microscope (SEM) showed that composites containing [Co]:[Zn] = 3,3:6,6% and 7,5:2,5% concentrations have pores and flat of surfaces area silica respectively.

Key words : nanocluster, host SiO₂, sol-gel

1. PENDAHULUAN

Komposit adalah kombinasi dua material dimana satu material disebut dengan fasa penguat (*reinforcing phase*) bisa dalam bentuk fiber, lembaran atau partikel dan dilekatkan dalam suatu material yang disebut fasa matrik. Material penguat dan material matrik dapat berupa logam, keramik atau polimer. Komposit dibuat untuk mendapatkan suatu material dengan keseluruhan sifat dari material komposit tersebut lebih baik dari pada komponen-komponen individunya. Sifat yang diharapkan dari komposit tersebut adalah kuat, liat, ringan dan tahan terhadap kikisan dan benturan yang amat diperlukan di dalam industri automotif, ruang angkasa dan penggunaan tertentu¹.

Studi mengenai sifat fisika dan kimia komposit nanopartikel telah memberikan banyak hal-hal yang menarik karena sifat fisika dan kimianya yang menarik serta aplikasinya yang potensial. Kemampuan untuk mengontrol ukuran partikel dan morfologi dari nanomaterial dengan ukuran dalam tingkat nanometer sangat penting untuk industri saat ini^{2,3}.

Nanokomposit yang mengandung satu logam dengan matrik silika sudah banyak diteliti. Pembuatan dan karakterisasi dari alloy nanopartikel yang tersebar di dalam matrik belum banyak ditemukan². Sifat nanokomposit tidak hanya bergantung pada karakteristik masing-masing nanopartikel, tetapi juga pada matrik dan interaksinya². Kegunaan silika sebagai matrik mempermudah untuk membuat suatu partikel dengan stabilitas yang bagus. Sifat instrinsik dari silika merupakan hal yang menarik antara lain mempunyai stabilitas panas yang bagus, transparan optik, kemampuan menyerap dan untuk membuat permukaan relatif mudah⁴.

Alloy nanokomposit yang dibentuk dari kobal dan seng menarik untuk dipelajari karena menghasilkan sifat magnet yang bagus dengan ukuran partikel yang kecil. Alloy

nanokomposit dengan matrik silika dapat menyebabkan terjadinya modifikasi dari sifat material dasar seperti sifat instrinsik, kekuatan/ketahanan dan sifat magnetnya,⁵ sehingga dapat digunakan dalam tabung sinar katoda dan alat-alat luminescent. Selain itu adanya intensitas warna dari komposit dapat digunakan sebagai pigmen keramik⁶. Kemudian alloy dari (Co-Zn) juga dapat digunakan untuk meningkatkan ketahanan yang tinggi terhadap korosi dari bahan yang dihasilkan. Pembentukan alloy (Co-Zn) baru-baru ini dilakukan dengan cara elektrodposisi pada temperatur kamar dengan mencairkan garam elektrolitnya. Pada proses ini kandungan Co dalam alloy dikontrol secara terus menerus dengan mengontrol komposisi bath dan densitas arus. Struktur kristal dari alloy ini berubah dari fasa biner Zn dan senyawa intermetalik menjadi Co dan senyawa intermetalik sebagai fungsi kandungan Co dalam alloy⁷.

Pembuatan nanokomposit (Co-Zn) dengan matrik silika sebelumnya telah dilakukan dengan metoda konvensional solid state. Dalam metoda ini dibutuhkan suhu kalsinasi yang tinggi serta waktu reaksi yang lama⁶. Adanya perbedaan reaktifitas kedua logam dengan matrik silika menyebabkan alloy sulit terbentuk, karena lebih cenderung terjadi pemisahan (melalui oksidasi) dari pada pembentukan alloynya. Hal ini dapat diatasi dengan proses sol-gel karena proses sol-gel mampu mengontrol komposisi logam dan matrik silika, mengontrol ukuran dan kehomogenan yang tinggi⁵.

Proses sol-gel merupakan suatu metoda yang digunakan untuk menghasilkan bahan-bahan anorganik melalui reaksi kimia di dalam suatu larutan pada suhu rendah. Secara umum proses sol-gel meliputi transisi sistem dari sol cair (umumnya koloid) ke fasa gel padat. Material awal yang selalu digunakan untuk mempersiapkan sol adalah garam logam anorganik atau logam senyawa organik seperti logam alkoksida⁸.

Dalam penelitian ini dilaporkan proses pembuatan nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ menggunakan prekursor garam logam, kobal nitrat dan seng klorida sebagai sumber

Co dan Zn dan precursor tetraetoksiortosilana (TEOS) untuk sumber silika, propanol sebagai pelarut, H₂O sebagai penghidrolisa dan HNO₃ sebagai katalis.

2. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas laboratorium, magnetic stirrer, neraca analitik, furnace, XRD, SEM, FT-IR. Bahan-bahan yang dibutuhkan adalah tetractoksiortosilana (TEOS), propanol, kobal (II) nitrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), seng klorida (ZnCl_2), HNO_3 , NH_4OH , dan aquadest.

2.2. Prosedur Kerja

2.2.1 Pembuatan Gel Pada Komposit Silika

Tetractoksiortosilana (TEOS) dicampur dengan propanol, aquades dan HNO_3 dengan perbandingan volume 1 : 0,5 : 2 : 0,3 di dalam beker gelas 25 ml. Kemudian dilakukan pengadukan dengan menggunakan magnetik stirrer selama 25 menit serta divariasikan pH-nya dari 3-8 dengan menggunakan HNO_3 atau NH_4OH . Setelah itu wadah ditutup dengan aluminium foil dan dilubangi pada penutupnya selanjutnya disimpan di tempat yang gelap. Dari keadaan ini dipelajari waktu pembentukan gel dan sifat gel yang dihasilkan.

2.2.2 Pembuatan Nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$

Nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$ dibuat dengan metoda sol-gel. Sol dibuat dari TEOS, propanol, kobal nitrat, seng klorida, H_2O dan katalis HNO_3 . Dalam semua sampel kandungan Si tetap 90% dan total logam Co dan Zn tetap 10% dengan perbandingan molar Co:Zn divariasikan (Co_{100} , $\text{Co}_{80}\text{Zn}_{20}$, $\text{Co}_{75}\text{Zn}_{25}$, $\text{Co}_{70}\text{Zn}_{30}$, $\text{Co}_{66}\text{Zn}_{33}$, $\text{Co}_{50}\text{Zn}_{50}$, $\text{Co}_{33}\text{Zn}_{66}$, Zn_{100}).

TEOS dilarutkan dalam propanol. Kedalam larutan ini ditambahkan sejumlah larutan garam logam (kobal nitrat dan seng klorida dilarutkan dalam H_2O lalu

ditambahkan katalis HNO_3 , kemudian larutan ini distirrer membentuk sol. Perbandingan molar $\text{H}_2\text{O}/\text{TEOS}$ dan HNO_3/TEOS adalah 6 dan 0,01. Setelah distirrer selama 8 jam, sol dibiarkan pada suhu kamar sampai terbentuk gel kering. Sebagian gel kering yang terbentuk dihaluskan dan dianalisis dengan FTIR dan sisanya dipanaskan pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Powder yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

2.3 Karakterisasi

2.3.1 Fourier-Transform Infra Red (FTIR)

Gel yang terbentuk dihaluskan dan dicampur dengan KBr, kemudian dibuat bentuk pellet. Sampel diukur dengan menggunakan FT-IR Perkin-Elmer 200 Series. Analisis ini untuk mengetahui gugus fungsi yang ada pada sampel gel.

2.3.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Sampel dihaluskan sampai berbentuk powder dan dimasukkan dalam tempat sampel. Kemudian dianalisa dengan Siemen Diffractometer dengan menggunakan radiasi Cu-K α .

2.3.3 Scanning Microscopy Electron (SEM)

Sampel yang akan diukur dihaluskan sampai berbentuk powder dan dimasukkan dalam tempat sampel. Dianalisis dengan SEM, dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron. Dengan analisis ini dapat diketahui morfologi permukaan sampel.

3. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Pengaruh pH terhadap Waktu Pembentukan Gel Komposit Silika

Komposit silika telah berhasil dibentuk melalui proses sol gel, dengan menggunakan TEOS, propanol, H₂O dan asam nitrat sebagai katalis. Proses pengeringan gel komposit silika dilakukan pada suhu kamar untuk menguapkan pelarut. Dengan bervariasikan pH larutan dapat diamati waktu pembentukan gel dan sifat gel komposit silika yang terbentuk. Pengaruh pH terhadap waktu pembentukan gel dan sifat gel komposit silika, dapat dilihat pada Tabel 1.

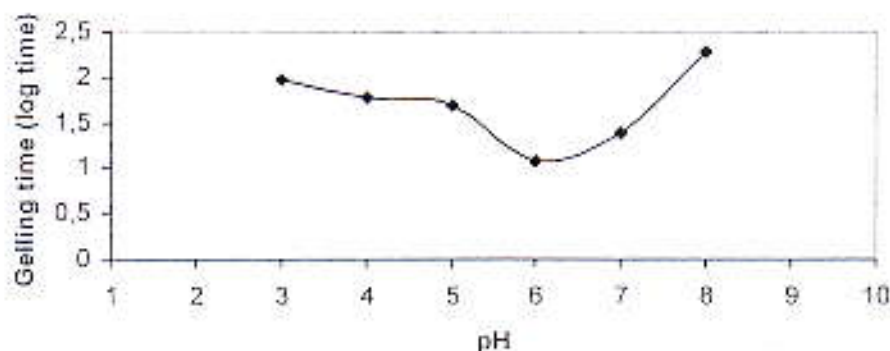
Tabel 1. Pengaruh pH terhadap waktu pembentukan dan sifat gel komposit silika

No	pH	Waktu pembentukan gel (jam)	Sifat gel
1	3	96	Transparan, menyusut, pecah
2	4	60	Transparan, menyusut, tidak pecah
3	5	48	Transparan, putih, sedikit menyusut, tidak pecah
4	6	6	Gel silika opak, putih, sedikit menyusut, tidak pecah
5	7	24	Transparan, putih, menyusut, pecah
6	8	192	Transparan, putih, menyusut, pecah

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa waktu pembentukan gel komposit silika lebih cepat pada pH 6 tetapi gel yang dihasilkan opak. Sedangkan pada pH 5 waktu pembentukan gel agak lambat sedangkan gel yang dihasilkan transparan dan tidak mudah pecah. Sifat gel ini diamati setelah terbentuknya gel komposit silika dan didapatkan ada gel yang menyusut dan mudah pecah. Gel yang menyusut ini disebabkan karena telah menguapnya pelarut dan air.

Pengaruh pH terhadap waktu pembentukan gel juga dapat dilihat pada Gambar 1. Dari Gambar 1 terlihat bahwa pembentukan gel komposit silika lambat pada pH < 4 dan pH > 7. Menurut Brinker dan Scherrer, pada pH < 2 merupakan titik isoelektrik dari

larutan silika, dimana pada titik isoelektrik (IEP) tersebut, mobilitas listrik dari silika adalah nol dan daerahnya merupakan daerah yang meta stabil, sehingga pembentukan gel membutuhkan waktu yang lama. Disamping itu pada $\text{pH} < 2$ kecepatan terbentuknya polimerisasi dari silika adalah seimbang dengan pembentukan H^+ . Pada $\text{pH} 2-6$ yang berada diatas titik IEP, kecepatan kondensasi adalah seimbang dengan pembentukan OH^- , sehingga pembentukan gel akan lebih cepat. Sedangkan pada $\text{pH} > 7$ polimerisasi atau kondensasi akan terjadi bersamaan dengan mekanisme nukleofilik, dimana pada pH ini pertumbuhan awal monomer lebih cepat dari pada agregasi senyawa dan yang akan terbentuk lebih cepat hanya partikel kecil, sehingga pembentukan gel akan diperlukan waktu yang lebih lama.⁸



Gambar 1. Pengaruh pH terhadap waktu pembentukan gel

Adanya keretakan yang terjadi pada gel adalah akibat dari pelepasan air dan pelarut. Bahan-bahan tersebut akan berpindah dari dalam gel ke permukaan gel, seterusnya akan menutupi pori. Penutupan pori-pori tersebut akan memerangkap benda asing dan senyawa-senyawa yang mudah menguap dan menghalanginya untuk lepas. Hal ini akan menyebabkan pori-pori mengembang dan sehingga terjadi keretakan¹⁰

Di dalam proses sol-gel telah dipelajari pengaruh pH, diperoleh bahwa $\text{pH} 5$ merupakan pH yang baik dalam proses pembuatan gel, dimana pada pH tersebut diperoleh hasil gel kering yang transparan, sedikit menyusut dan tidak mudah pecah.

3.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Logam [Co] dan [Zn] terhadap Waktu Pembuatan Gel dan Sifat Gel Nanokomposit (Co-Zn)SiO₂

Pembuatan nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ pada penelitian ini dilakukan melalui proses sol-gel dengan menggunakan prekursor TEOS sebagai sumber silika, kobal nitrat dan seng klorida sebagai sumber kobal dan seng dengan menggunakan katalis HNO₃. Gel kering terbentuk dari proses sol-gel setelah dibiarkan pada suhu kamar. Pengaruh variasi konsentrasi logam terhadap waktu pembentukan gel dan bentuk gel dapat dilihat pada Tabel 2.

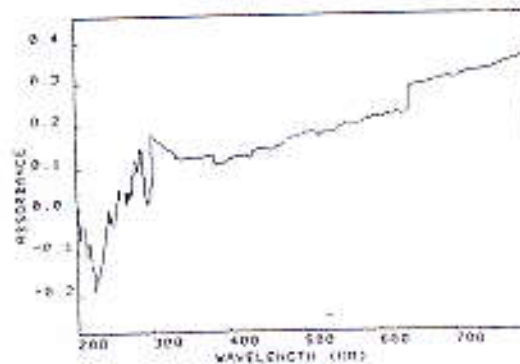
Tabel 2. Pengaruh variasi perbandingan konsentrasi logam [Co] dan [Zn] terhadap waktu pembentukan gel dan sifat gel nanokomposit (Co-Zn) SiO₂

No	Perbandingan [Co] : [Zn] (%)	Waktu pembentukan gel (hari)	Sifat gel
1	10 : 0	15	Transparan, menyusut, mudah pecah, merah,
2	8 : 2	14	Transparan, menyusut, mudah pecah, pink pekat
3	7,5 : 2,5	14	Transparan, sedikit menyusut, tidak mudah pecah, pink
4	7 : 3	13	Transparan, menyusut, mudah pecah, pink
5	6,6 : 3,3	10	Transparan, menyusut, mudah pecah, pink
6	5 : 5	13	Transparan, mudah pecah, pink
7	3,3 : 6,6	13	Transparan, sedikit menyusut, tidak mudah pecah, pink keorangean
8	0 : 10	14	Transparan, tidak menyusut, tidak mudah pecah, putih

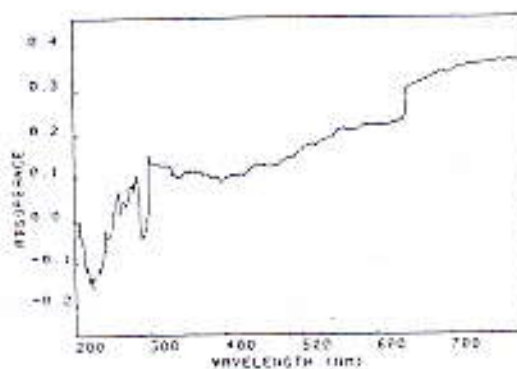
Tabel 2 memperlihatkan bahwa gel nanokomposit yang dihasilkan secara umum berwarna pink, transparan, menyusut dan mudah pecah dengan waktu pembentukan gel

antara 10-15 hari. Warna yang terbentuk dari gel nanokomposit akibat pengaruh warna garam logam yang digunakan sebagai prekursor, dimana kobal nitrat berupa padatan berwarna merah dan seng klorida berupa padatan berwarna putih. Semakin kecil konsentrasi logam Co warna pink dari gel yang terbentuk semakin berkurang sampai akhirnya berwarna putih pada gel tanpa logam Co.

Gel yang terbentuk pada umumnya transparan dengan warna pink. Ini dapat dilihat dari spektrum UV-Vis pada Gambar 2. Larutan memberikan serapan maksimum pada daerah UV dan serapan minimum pada daerah sinar tampak. Ini menunjukkan bahwa gel yang terbentuk bersifat transparan pada sinar tampak dan menyerap pada sinar UV.



Spektrum UV-VIS dari nanokomposit dengan [Co]:[Zn] = 3.3:6.6%



Spektrum UV-VIS dari nanokomposit [Co]:[Zn] = 7.5:2.5%

Gambar 2. Spektrum UV-Vis dari nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ dengan variasi konsentrasi [Co]:[Zn] = 3,3:6,6% dan 7,5:2,5%

Gel yang terbentuk pada umumnya mudah pecah dan menyusut. Ini diamati setelah gel terbentuk, ada gel yang cepat menyusut dan mudah pecah. Hal ini terjadi akibat penguapan air dan pelarut. Air dan pelarut akan berpindah dari dalam gel ke permukaan sehingga menutupi pori-pori gel. Penutupan pori-pori tersebut akan memerangkap benda asing dan senyawa-senyawa yang mudah menguap dan menghalanginya untuk lepas. Ini akan menyebabkan pori-pori mengembang sehingga menyebabkan terjadinya keretakan.

Pada saat pembentukan gel, terjadi kompetisi antara gel dan pengendapan. Jika gel terbentuk sebelum terjadi pengendapan maka komposit yang dihasilkan transparan, akan tetapi gel terbentuk setelah terjadi pengendapan maka komposit yang terbentuk opak¹⁰. Dalam penelitian ini gel terbentuk sebelum terjadinya pengendapan sehingga menghasilkan gel yang transparan.

Waktu pembentukan gel lebih lama jika dibandingkan dengan waktu pembentukan gel tanpa adanya logam. Adanya logam Co dan Zn dalam nanokomposit dapat menghasilkan oksida logam dalam waktu yang lebih lama sewaktu terjadinya proses kondensasi⁸.

Dari Tabel 2 juga dapat dilihat bahwa gel yang bagus adalah dengan kandungan Co lebih banyak yaitu pada [Co]:[Zn] = 7,5:2,5%, dimana gel yang terbentuk transparan, sedikit menyusut, tidak mudah pecah dan berwarna pink. Sedangkan gel yang bagus dengan kandungan logam Zn lebih banyak adalah pada [Co]:[Zn] = 3,3:6,6%. Berdasarkan pengamatan ini dilakukan analisa dengan FTIR dan karakterisasi dengan XRD dan SEM.

3.3 Pemanasan Gel pada suhu 800 °C

Gel nanokomposit yang terbentuk dipanaskan pada temperatur 800 °C selama 1 jam. Pemanasan pada temperatur ini menghasilkan powder dengan warna yang sedikit

berbeda untuk masing-masing variasi perbandingan konsentrasi logam. Tabel 3 memperlihatkan warna powder yang terbentuk setelah pemanasan pada 800 °C.

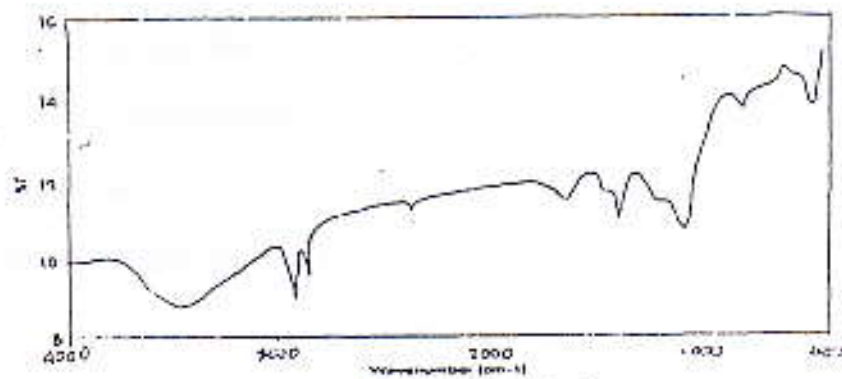
Tabel 3. Powder yang terbentuk setelah pemanasan gel nanokomposit pada 800 °C

No	Perbandingan [Co] : [Zn] (%)	Powder terbentuk
1	10: 0	Ungu kecoklatan, mengkilat
2	8 : 2	Ungu kecoklatan , mengkilat
3	7,5 : 2,5	Ungu kehitaman, mengkilat
4	7: 3	Coklat kehitaman, mengkilat
5	6,6 : 3,3	Ungu kehitaman, mengkilat
6	5 : 5	Ungu kebiruan, mengkilat
7	3,3 : 6,6	Biru, mengkilat
8	0 : 10	Putih kecoklatan, mengkilat

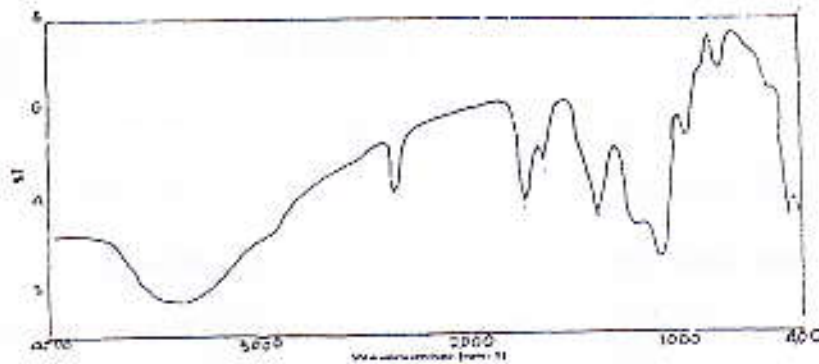
Alloy dari Co-Zn dengan matrik silika membentuk pigmen biru dan mengkilat⁶. Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa powder yang terbentuk dari nanokomposit dengan [Co]:[Zn] = 7,5:2,5% dan [Co]:[Zn] = 3,3:6,6% setelah pemanasan pada suhu 800°C memberikan warna ungu kehitaman dan biru serta mengkilat. Warna biru berasal dari warna dasar logam seng yaitu putih kebiruan dan warna oksida logam dari Co yaitu biru.

3.4 Analisis Gel dengan FTIR

Pengukuran dengan FT-IR digunakan untuk melihat gugus fungsi dan ikatan yang ada pada nanokomposit silika. Analisa ini dilakukan dengan metoda pelat KBr. Hasil pengukuran dengan FTIR terhadap gel dari nanokomposit dapat dilihat pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. Spektrum FTIR dari nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ dengan konsentrasi [Co] : [Zn] = 3,3 : 6,6 %



Gambar 4. Spektrum FTIR dari nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ dengan konsentrasi [Co] : [Zn] = 7,5 : 2,5%

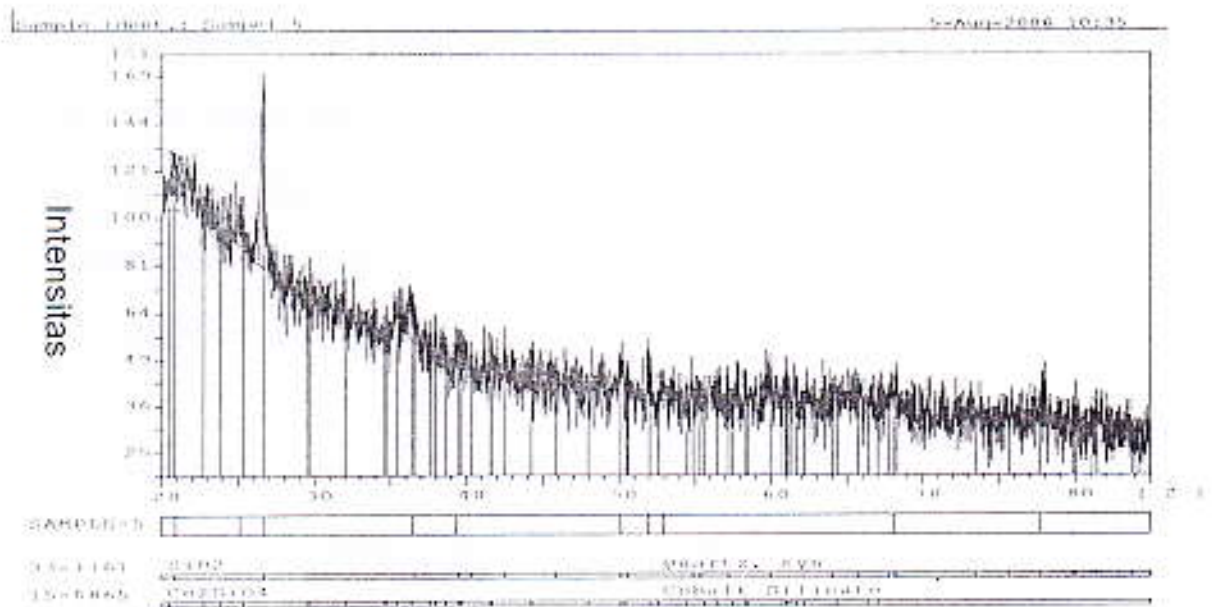
Gambar 3 dan 4 memperlihatkan bahwa penyerapan IR pada daerah 3400 cm⁻¹ dengan puncak yang lebar merupakan vibrasi regangan eugus OH dari air. Sedangkan

puncak pada daerah $3000 - 2850 \text{ cm}^{-1}$ menurut Brinker dan Scherrer adalah puncak C-H, $1500-1300 \text{ cm}^{-1}$ dan merupakan puncak vibrasi metil atau etil⁷. Pada daerah sekitar $1078 - 1135 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ikatan Si-O-Si dan Si-O-M (M = Co, Zn).⁶ Pada Gambar 3 dan 4 juga terlihat puncak pada daerah sekitar 1076 cm^{-1} dan 460 cm^{-1} . Ini menunjukkan adanya vibrasi ikatan Si-O-Si dan O-Si-O.⁶ Kemudian pada daerah sekitar 798 cm^{-1} terdapat puncak yang tidak tajam yang menandakan regangan dari SiO_4 .⁶ Dari analisis FTIR ini dapat dikatakan bahwa telah terbentuk ikatan Si-O-Si dan Si-O-M (M= Co, Zn) pada gel nanokomposit.

3.5 Analisis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

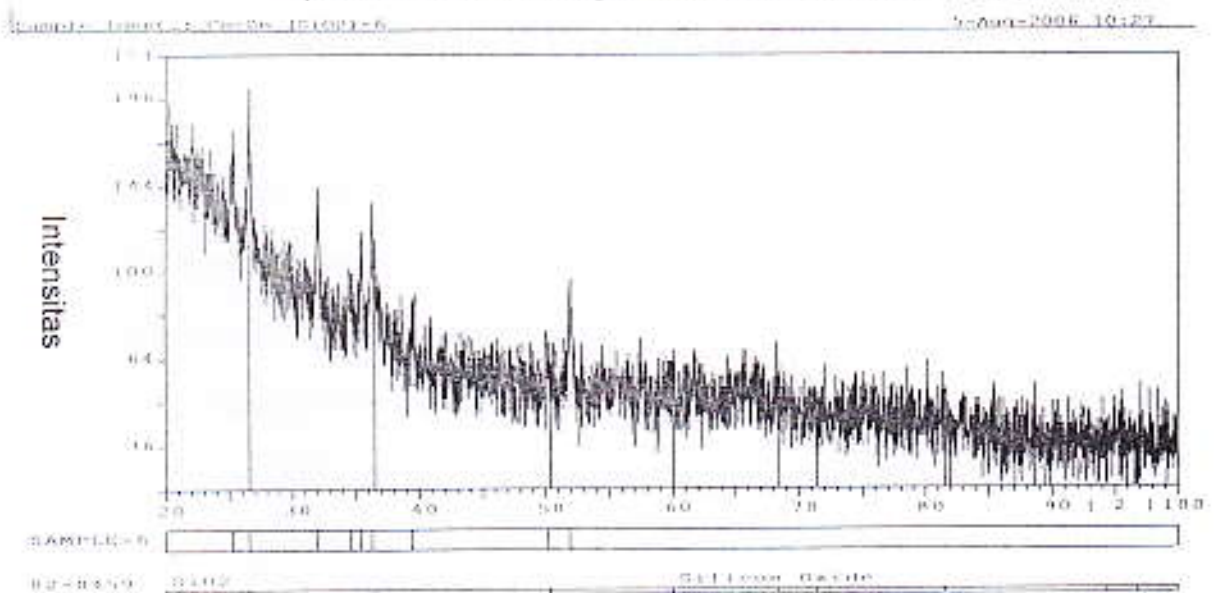
Analisis XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom-atom dalam suatu material kristalin sehingga akan diketahui struktur dan ukuran kristal. Pola difraksi sinar-X dari nanokomposit ditunjukkan oleh Gambar 5 dan 6. Dari pola difraksi sinar-X ini diharapkan terbentuk puncak tunggal dengan intensitas yang tinggi yang merupakan kristal nanokomposit yang terbentuk.

Pola difraksi sinar-X dari nanokomposit yang terbentuk secara umum berbentuk amorf, tetapi ada sedikit puncak-puncak yang menonjol. Pada Gambar 5 terdapat puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi pada sudut $2\theta = 26,61^\circ$ yang merupakan puncak SiO_2 kuarsa. Puncak SiO_2 kuarsa juga terdapat pada Gambar 6. Kemudian pada Gambar 5 dan 6 juga terdapat puncak yang tidak tajam dengan intensitas yang kecil yang menunjukkan amorf dari Co_2SiO_4 yaitu pada $2\theta = 68,03^\circ$ dan $2\theta = 35,4^\circ$.¹¹ Pada Gambar 5 dan 6 terdapat fasa amorf dari ZnO pada $2\theta = 36,3^\circ$.⁶



20

Gambar 5. Pola XRD dari powder nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$ pada pemanasan 800°C dengan konsentrasi $[\text{Co}]:[\text{Zn}] = 3,3:6,6\%$



20

Gambar 6. Pola XRD dari powder nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$ pada pemanasan 800°C dengan konsentrasi $[\text{Co}]:[\text{Zn}] = 7,5:2,5\%$

Dari hasil ini dapat diketahui bahwa pada pemanasan 800°C terbentuk fasa amorf dari nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$. Akan tetapi matrik silika sudah mulai terbentuk dalam fasa kuarsa sedangkan Co_2SiO_4 dan ZnO masih berfasa amorf. Ini menunjukkan

bahwa alloy Co-Zn tidak terbentuk pada pemanasan 800 °C, tetapi yang terbentuk adalah oksida logam dan komposit logam silika. Ini disebabkan karena pemanasan dengan udara terbuka menyebabkan oksida logam lebih cepat terbentuk. Mulai terbentuknya Co_2SiO_4 disebabkan karena kobal dapat bereaksi dengan silika pada suhu tinggi membentuk kobal silika⁹.

3.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mengkarakterisasi morfologi permukaan sampel, dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron. Mikrograf SEM dari powder nanokomposit dapat dilihat pada Gambar 7 dan 8. Secara umum mikrograf SEM dari nanokomposit memperlihatkan pertumbuhan partikel yang diperkirakan logam yang tumbuh dan tersebar pada matrik silika.

Dari Gambar 7 dapat diamati terjadi pertumbuhan partikel yang berupa logam dengan ukuran partikel tidak sama dan permukaan matrik silika yang tidak rata dengan terlihatnya pori-pori. Sedangkan pada Gambar 8 juga terlihat terjadinya pertumbuhan partikel yang diperkirakan logam dengan ukuran partikel yang tidak sama dan permukaan matrik silika yang rata. Dari analisis ini dapat diperkirakan bahwa nanokomposit yang terbentuk dengan kandungan Zn yang lebih banyak memiliki permukaan matrik silika berpori dengan terjadinya pertumbuhan partikel yang diperkirakan adalah logam Co dan Zn yang tersebar pada matrik silika.



Gambar 7. Mikrograf SEM dari nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$ dengan konsentrasi $[\text{Co}]:[\text{Zn}] = 3,3 : 6,6\%$ (perbesaran 5000 x)



Gambar 8. Mikrograf SEM dari nanokomposit $(\text{Co-Zn})\text{SiO}_2$ dengan konsentrasi $[\text{Co}]:[\text{Zn}] = 7,5:2,5\%$ (perbesaran 5000x)

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan yaitu pembuatan nanokomposit (Co-Zn)SiO₂ dapat diambil beberapa kesimpulan:

1. Pembentukan gel komposit silika yang baik dilakukan pada pH 5, sedangkan nanokomposit yang bagus dihasilkan oleh perbandingan konsentrasi [Co]:[Zn] = 3,3 : 6,6 % dan 7,5 : 2,5 %.
2. Pola difraksi sinar-X memperlihatkan bahwa pada nanokomposit yang memiliki [Co]:[Zn]=3,3:6,6% dan 7,5:2,5% pada pemanasan 800°C didapatkan nanokomposit berfasa amorf, dengan mulai terbentuknya matrik SiO₂ fasa kuarsa, Co₂SiO₄ dan ZnO dalam fasa amorf.
3. Hasil SEM memperlihatkan bentuk morfologi permukaan matrik silika yang berpori dari nanokomposit dengan [Co] : [Zn] = 3,3 : 6,6 % dan terjadinya pertumbuhan partikel yang diperkirakan adalah logam Co dan Zn yang tersebar pada matrik silika, sedangkan untuk nanokomposit [Co]:[Zn] = 7,5 : 2,5 % morfologi permukaan matrik silika rata.

DAFTAR PUSTAKA

1. **T. Richardson**, *Composite, A Design Guide*, Industrial Press Inc, 1978, pp.1-11.
2. **G. Ennas**, Andrea Falqui, Sergio Marras, Claudio Sangregorio, and Giaime Marongiu, Influence of Metal Content on Size, Dispersion, and Magnetic Properties of Iron-Cobalt Alloy Nanoparticles Embedded in Silica Matrix, *J. Chem. Mater.*, 2004, 16, pp. 5659-5663.
3. **A. Jitianu**, Maria Crisan, Aurelia Meghea, Ileana Rau, and Maria Zaharescu, Influence of the silica based matrix on the formation of iron oxide nanoparticles in the $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ system, obtained by sol-gel, *J. Mater. Chem.*, 2002, 12, pp. 1401-1407.
4. **S. Mornet**, Controlled Growth of Silica Shell on $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ Nanoparticles Used As Precursors of Ferroelectric Composites, *J. Chem. Mater.*, 2005, 17, pp. 4530-4536.
5. **G. Mattei**, C. de Julian Fernandez, P. Mazzoldi dan C. Sada, *Synthesis, Structure and Magnetic Properties of Co, Ni and Co-Ni Alloy, Nanocluster-Doped SiO_2 Films by Sol-Gel Processing*, *Chem. Mater.*, (2002), 14, 3440-3447.
6. **H. Cui**, Marcos zayat, and david levy, Nanoparticle Synthesis of Willemite Doped with Cobalt Ions ($\text{Co}_{0.05}\text{Zn}_{1.95}\text{SiO}_4$) by an Epoxide-Assisted Sol-Gel Method, *J. Chem. Mater.*, 2005, 17, pp. 5562-5566.
7. **Koura N.**, T. Endo dan Y. Idemoto, *The Electrodeposition of Amorphous Co-Zn Alloy from Ambient Temperature Molten Salt Electrolytes*, *J. Non-Cryst. Solid*, (1996), 205-207 dan 650-655.
8. **C.J. Brinker** and G.W. Scherrer, *Sol-Gel Science the Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, New York, 1996, pp. 908-113.
9. **Sangyun Lim**, Dragos ciuparu, Yuan Chen, Lisa Pfefferle, and Gary L. Haller, Effect of Co-MCM-41 Conversion to Cobalt Silicate for Catalytic Growth of Single Wall carbon Nanotubes, *J. Phys. Chem. B*, 2004, 108, pp. 20095-20101.
10. **N. Jamarun**, *Pembuatan Komposit Silika-Organik dengan Proses Sol-Gel*, Laporan Penelitian HB VI/2, Lembaga Penelitian Universitas Andalas, 1999, pp. 24-38.
11. **Marimoto N**, Takonami M, Watanabe M, Koto K, *American Mineralogist*, 1974, 59, 475-485.