



Sintesis Cobalt Oxide Nanoparticles dengan Metode Sol-Gel

Aisyah Jihan Kamalia^a, Nafi Maulana Yusuf^{a*}, Saidatul Kholidia^a

^aUniversitas Negeri Malang, Jl. Semarang No. 5, Malang dan 65145, Indonesia

*Corresponding author, email: nafi.maulana.2103326@students.um.ac.id

Paper received: 3-6-2023; accepted: 15-6-2023; published: 30-6-2023

Abstract

Synthesis of cobalt oxide nanoparticles was carried out using $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ as precursor and KOH with 1:1 M ratio. Sol-gel method used to synthesize cobalt oxide then followed by drying using an oven at 120°C for 3 hours and calcination with temperature of 300°C for 1 hour. Observed results showed changes in the color of the sample starting from the initial precipitate after filtering which was green into black powder after calcination. Results of XRD analysis show that at a temperature of 300°C there is a peak at $2\theta = 31,45; 36,97; 45,09; 59,63; 65,23$. The crystal size of cobalt oxide (Co_3O_4) at a temperature of 300°C is 15,33 nm.

Keywords: *synthesis, cobalt oxide, nanoparticles, sol-gel*

Abstrak

Sintesis kobalt(II,III) oksida nanopartikel menggunakan prekursor $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan KOH dengan perbandingan 1:1 M. Metode yang digunakan adalah *sol-gel* kemudian disusul dengan pengeringan menggunakan oven pada temperatur 120°C selama 3 jam dan kalsinasi dengan temperatur 300°C selama 1 jam. Kobalt(II,III) oksida nanopartikel hasil sintesis berupa serbuk berwarna hitam yang kemudian dikarakterisasi dengan XRD serbuk. Hasil analisis XRD serbuk menunjukkan terbentuknya kobalt(II,III) oksida pada sampel hasil sintesis, didukung dengan adanya puncak pada $2\theta = 31,45; 36,97; 45,09; 59,63; 65,23$ yang sama dengan data pada JCPDS No 74-1656. Ukuran kristal rata-rata dari Co_3O_4 hasil sintesis adalah 15,33 nm.

Kata kunci: sintesis, kobalt oksida, nanopartikel, sol-gel

1. Introduction

Kobalt oksida merupakan senyawa kimia yang tersusun dari kobalt dan oksigen. Senyawa ini memiliki beberapa rumus kimia bergantung pada bilangan oksidasi dari atom kobalt. Kobalt oksida dengan bilangan oksidasi kobalt +2 memiliki rumus kimia CoO sedangkan, jika bilangan oksidasi kobalt +3 rumus kimianya adalah Co_2O_3 . Adapun rumus kimia kobalt oksida yang memiliki bilangan oksidasi campuran antara +2 dan +3 yakni Co_3O_4 (gabungan dari CoO dan Co_2O_3). Dari ketiga jenis kobalt oksida tersebut yang bersifat stabil secara termodinamika hanya 2 yakni kobalt(I) oksida dan kobalt(II,III) oksida (Kong dkk., 2019). Kobalt(II,III) oksida merupakan padatan serbuk berwarna hitam, bahan semikonduktor tipe-p, bersifat antiferromagnetik, dan memiliki struktur spinel (Vladimirova dkk., 2017). Berdasarkan sifat-sifat yang dimiliki oleh kobalt(II,III) oksida maka, senyawa ini dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang seperti penyimpanan energi, sensor gas, kapasitor, perangkat resistif magnet, dan elektroda *lithium-ion battery* yang bisa diisi ulang (Matinise dkk., 2018).

Beberapa tahun terakhir nanoteknologi telah mengalami kemajuan yang signifikan. Material berukuran nano (1-100 nm) banyak disenangi karena memiliki reaktivitas katalitik yang sangat baik, kinerja optik nonlinier, stabilitas kimia, konduktivitas termal, dan rasio luas permukaan terhadap volume yang besar (Shete et al., 2022). Teknologi nano ini juga telah dikembangkan dalam sintesis kobalt oksida yang dikenal dengan kobalt(II,III) oksida nanopartikel (Co_3O_4 NPs) dengan harapan bahwa manfaat dari kobalt(II,III) oksida akan lebih meningkat ketika diubah menjadi ukuran nano. Beberapa penelitian menyatakan bahwa ukuran partikel kobalt(II,III) oksida mempengaruhi efektivitasnya, seperti penelitian yang dilakukan oleh (Anele dkk., 2022) mengungkapkan bahwa aktivitas antibakteri dari kobalt(II,III) oksida nanopartikel dipengaruhi oleh ukurannya. Penelitian yang dilakukan oleh Matinise, dkk (2018) juga menyatakan bahwa kobalt(II,III) oksida nanopartikel aktivitas elektrokimia yang sangat baik sehingga cocok digunakan untuk elektroda.

Sintesis kobalt(II,III) oksida nanopartikel telah banyak dilakukan dengan menggunakan prekursor yang berbeda-beda. (Lakra dkk., 2021) berhasil mensintesis kobalt(II,III) oksida nanopartikel dari prekursor $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ dan amonium oksalat yang dikalsinasi pada suhu 400-500°C selama 3 jam sedangkan, (Janjua., 2019) menggunakan prekursor $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan Na_2CO_3 yang dikalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam. Berdasarkan beberapa artikel yang menyatakan keberhasilan dalam sintesis kobalt(II,III) oksida nanopartikel maka dipilihlah penelitian oleh Yanti dkk., (2015) menggunakan prekursor $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan KOH dengan perbandingan 1:1M yang dikalsinasi pada suhu 300°C selama 1 jam. Tujuan dipilihnya artikel tersebut agar hasil akhir yang diperoleh memiliki kemiripan yang besar seperti hasil yang dilaporkan.

2. Method

Waktu dan tempat

Sintesis kobalt(II,III) oksida ini dilakukan pada 21 Februari–6 Maret 2024 bertempat di laboratorium kimia anorganik Universitas Negeri Malang.

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam sintesis kobalt oksida nanopartikel meliputi: *beaker glass* 50 mL (2 buah), gelas ukur 10 mL (2 buah), kaca arloji (2 buah), cawan penguapan, furnace (*Thermo Scientific* F6010), corong kaca, krusibel porselen, pipet tetes (3 buah), batang pengaduk, spatula, dan kertas saring. Bahan yang digunakan meliputi: kobalt nitrat heksahidrat [$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] (*Merck*), kalium hidroksida (KOH) (*Merck*), dan aquades.

Prosedur Kerja

Prosedur sintesis yang digunakan merujuk pada artikel penelitian Yanti dkk., (2015) yang berjudul "*Preparation and Characterization of Co₃O₄ Nano Powder*" dengan modifikasi metode seperti memperkecil volume larutan sampel yang digunakan pada saat preparasi dan temperatur kalsinasi yang berfokus pada suhu 300°C (tanpa variasi).

1. Preparasi Sampel

Preparasi sampel dalam sintesis Co₃O₄ diawali dengan membuat larutan Co(NO₃)₂ 1 M. Langkah pertama yang dilakukan adalah menimbang kobalt nitrat heksahidrat [Co(NO₃)₂.H₂O] sebanyak 2,901 gram, lalu dimasukkan dalam gelas ukur 10 mL, dan ditambahkan dengan aquades hingga volume larutan mencapai 10 mL, dan diaduk menggunakan batang pengaduk hingga homogen, hasil akhirnya berupa larutan berwarna merah.

Preparasi sampel selanjutnya adalah dengan membuat larutan KOH 1M. Langkah pertama yang dilakukan adalah menimbang padatan KOH sebanyak 0,561 gram, lalu dimasukkan dalam gelas ukur 10 mL, dan ditambahkan dengan aquades hingga volume larutan mencapai 10 mL, dan diaduk menggunakan batang pengaduk hingga homogen, hasil akhirnya berupa larutan berwarna putih.

2. Sintesis Co₃O₄ Nanopartikel

Proses selanjutnya setelah preparasi sampel adalah sintesis kobalt oksida nanopartikel. Langkah pertama yang dilakukan adalah memasukkan 10 mL larutan Co(NO₃)₂ 1M ke dalam *beaker glass* 50 mL, lalu ditambahkan 10 mL larutan KOH 1 M tetes demi tetes proses ini dilakukan dengan pengadukan di atas *stirrer* selama 2 jam 18 menit. selanjutnya larutan didiamkan selama 162 jam dengan keadaan tertutup aluminium foil. selanjutnya, larutan disaring menggunakan kertas saring. endapan yang didapatkan, kemudian di oven selama 3 jam dalam suhu 120°C. Lalu, endapan didinginkan dalam desikator selama 7 hari. Selanjutnya, endapan dipisahkan dari kertas saring dan diperoleh massa sebesar 0,545 gram. Sampel selanjutnya di kalsinasi dalam furnace dengan suhu 300°C selama 1 jam.

3. Karakterisasi XRD

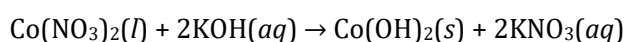
Kobalt(II,III) oksida ini selanjutnya dikarakterisasi menggunakan Senyawa kompleks hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD serbuk (Rigaku Miniflex 600, Cu K α dengan detektor D/teX ultra-D yang dioperasikan pada 40 kV dan 15mA). Karakterisasi XRD serbuk ini dilakukan untuk mengidentifikasi ukuran partikel kobalt(II,III) oksida hasil sintesis. Ukuran partikel dari hasil sintesis ini dihitung menggunakan persamaan *Scherrer*.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

D merupakan ukuran kristal (nm), K merupakan konstanta scherrer (0,9), λ merupakan panjang gelombang sinar-X (0,15406 nm), β merupakan *full width at half maximum* (FWHM) dalam radian, dan θ merupakan sudut atau puncak dalam radian.

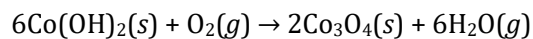
3. Results and Discussion

Sintesis kobalt(II,III) oksida nanopartikel ini menggunakan metode *sol-gel* dengan prekursor Co(NO₃)₂ dan KOH. Pemilihan metode *sol-gel* dalam sintesis kobalt(II,III) oksida nanopartikel karena metode ini dapat berlangsung dalam suhu rendah dan dapat menghasilkan produk dengan tingkat kemurnian dan kehomogenan ukuran yang tinggi. Kobalt(II) nitrat (Co(NO₃)₂) 1 M direaksikan dengan larutan KOH 1 M tetes demi tetes untuk mereaksikan Co²⁺ dengan OH⁻ untuk membentuk endapan Co(OH)₂. Yanti dkk., (2015) menyatakan bahwa reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

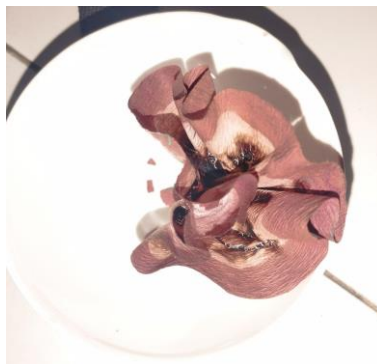


Proses ini dilakukan dengan pengadukan di atas *stirrer* selama 2 jam 18 menit, tujuan pengadukan ini agar larutan dapat bereaksi secara sempurna. KOH dalam hal ini bertindak sebagai prekursor ion OH⁻ yang bereaksi dengan ion Co²⁺ dari Co(NO₃)₂ membentuk Co(OH)₂ yang berbentuk endapan berwarna biru kehijauan. Larutan disaring untuk memisahkan endapan Co(OH)₂ dan KNO₃ (filtrat). Endapan yang didapat berwarna hijau gelap seperti pada gambar 1a.

Endapan Co(OH)₂ yang didapatkan di oven selama 3 jam dalam suhu 120°C, pengovenan ini bertujuan untuk mengeringkan endapan. Lalu, endapan Co(OH)₂ didinginkan dalam desikator selama 7 hari. Endapan setelah pengovenan berwarna coklat kehitaman (di tengah kertas sampel) dan terdapat filtrat KNO₃ yang terserap di kertas saring yang ikut mengering (di pinggiran kertas saring berwarna coklat) seperti pada gambar 1b. Endapan Co(OH)₂ berwarna coklat yang diperoleh dari proses pengovenan ini terbentuk karena terjadinya reaksi antara kobalt dengan oksigen. Berat endapan yang diperoleh sebesar 0,545 gram. Kemudian, dilanjutkan dengan kalsinasi dalam furnace dengan suhu 300°C selama 1 jam. Tujuan dari proses kalsinasi ini adalah untuk mengubah Co(OH)₂ menjadi bentuk kobalt(II,III) oksida nanopartikel yang ditandai dengan terbentuknya serbuk berwarna hitam seperti pada gambar 1c. Persamaan yang terjadi adalah sebagai berikut sesuai dengan yang tercantum dalam penelitian Yanti dkk., (2015):



(a)



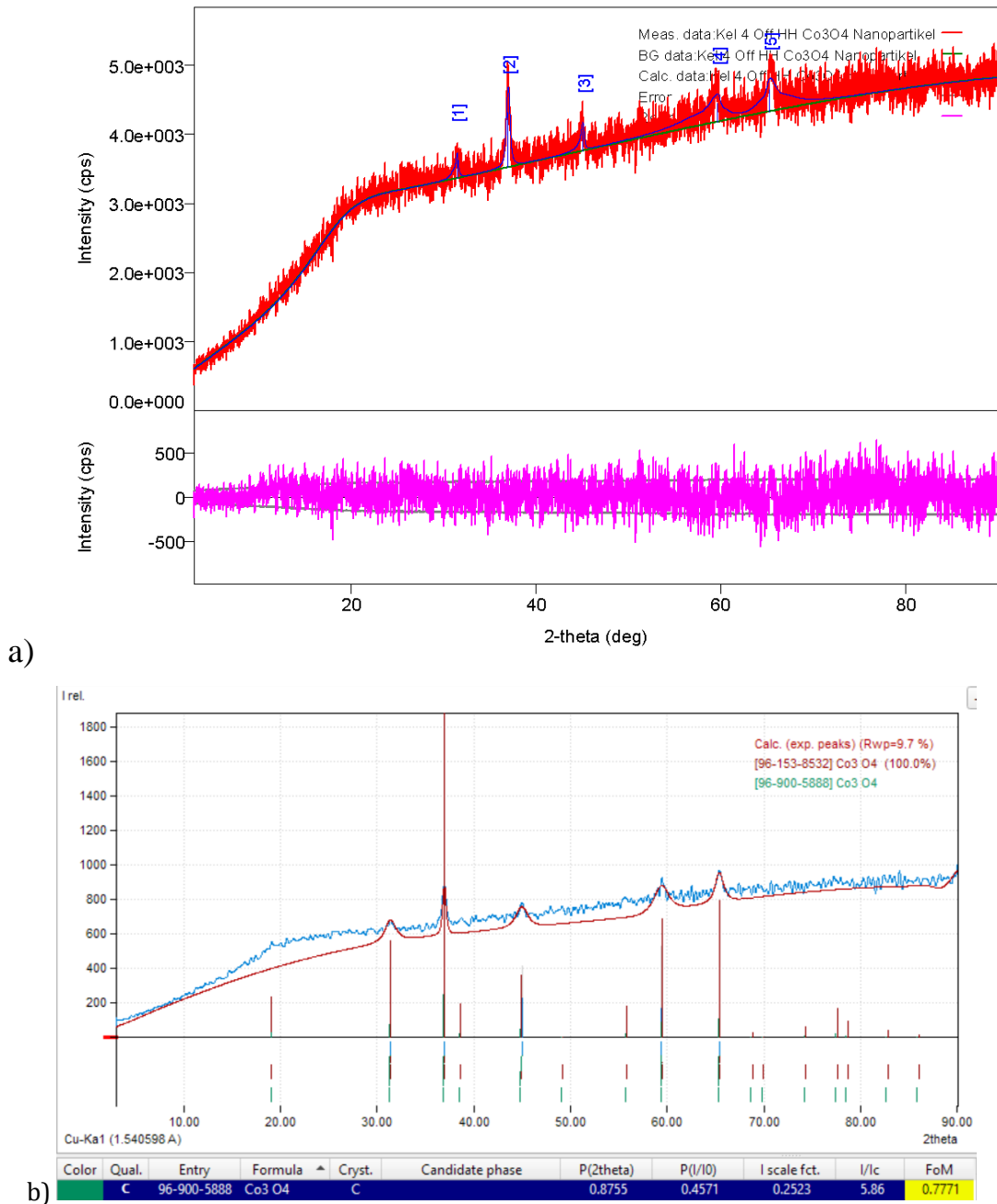
(b)



(c)

Gambar 1. Endapan sampel setelah disaring (a), lalu setelah dioven bersama kertas saringnya (b), dan setelah kalsinasi (c).

Kobalt(II,III) oksida hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *XRD* serbuk dan pada hasil difraktogram didapatkan lima puncak pada $2\theta = 31,45; 36,97; 45,09; 59,63; 65,23$. Hasil difraktogram dapat dilihat pada gambar 2a.



Gambar 2. a) Difraktogram hasil karakterisasi XRD, b) Difraktogram analisis Co_3O_4 pada difraktogram sampel.

Difraktogram tersebut kemudian dianalisis menggunakan aplikasi *Match!3* untuk mengidentifikasi kandungan kobalt oksida (Co_3O_4) yang ditargetkan atau diinginkan. Diketahui bahwa lima puncak pada difraktogram mengandung Co_3O_4 dengan intensitas paling tinggi pada $2\theta = 36,97$. Konfirmasi ini mengacu kepada data JCPDS No 74-1656. Data difraktogram yang dianalisis dapat dilihat pada gambar 2b. Dari hasil identifikasi menggunakan XRD diketahui bahwa telah senyawa kobalt(II,III) oksida berhasil disintesis pada suhu kalsinasi 300°C .

Ukuran kristal Co_3O_4 yang dihasilkan pada percobaan ini dihitung menggunakan persamaan scherrer. Berdasarkan data yang didapatkan dari analisis hasil karakterisasi dengan XRD serbuk dan kemudian dimasukkan ke dalam persamaan scherrer, hasil yang didapatkan adalah sebagai berikut:

Puncak (2θ)	FWHM (β)	Ukuran Kristal (nm)
31,45	0,31	26,6
36,97	0,45	18,6
45,09	0,40	21,5
59,63	2,1	4,4
65,23	1,7	5,5

Tabel 1. Ukuran kristal Co_3O_4

Sehingga ukuran rata-rata kristal Co_3O_4 yang dihasilkan dari percobaan ini adalah 15,33

4. Conclusion

Kobalt(II,III) oksida (Co_3O_4) berhasil disintesis menggunakan metode *sol-gel*. Hal ini dibuktikan hasil karakterisasi menggunakan XRD serbuk di mana terbentuk puncak pada $2\theta = 31,45$; $36,97$; $45,09$; $59,63$; $65,23$. Puncak yang terbentuk memiliki kecocokan dengan data JCPDS No 74-1656. Ukuran rata-rata kristal kobalt(II,III) oksida yang terbentuk adalah 15,33 nm.

Acknowledgment (Opsional)

Semua penulis menyampaikan terima kasih kepada (1) Husni Wahyu Wijaya, Ph.D dan Danar, M.Sc selaku dosen pengampu perkuliahan Praktikum Sintesis Anorganik (Genap 2023/2024) dan (2) Dr. Yessi Permana dan Siti Hartinah Qurbayni (Yessi Lab, Kimia, ITB) yang memfasilitasi karakterisasi sampel hasil sintesis.

References

- Anele, A., Obare, S., & Wei, J. (2022, April 1). Recent Trends and Advances of Co_3O_4 Nanoparticles in Environmental Remediation of Bacteria in Wastewater. *Nanomaterials*, Vol. 12. MDPI. <https://doi.org/10.3390/nano12071129>
- Janjua, M. R. S. A. (2019). Synthesis of Co_3O_4 Nano Aggregates by Co-precipitation Method and its Catalytic and Fuel Additive Applications. *Open Chemistry*, 17(1), 865–873. <https://doi.org/10.1515/chem-2019-0100>
- Kong, F.-C., Li, Y.-F., Shang, C., & Liu, Z.-P. (2019). Stability and Phase Transition of Cobalt Oxide Phases by Machine Learning Global Potential Energy Surface. *The Journal of Physical Chemistry C*, 123(28), 17539–17547. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.9b02842>
- Lakra, R., Kumar, R., Nath Thatoi, D., Kumar Sahoo, P., & Soam, A. (2021). Synthesis and characterization of cobalt oxide (Co_3O_4) nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 41, 269–271. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.099>
- Matinise, N., Mayedwa, N., Fuku, X., Mongwaketsi, N., & Maaza, M. (2018). Green synthesis of cobalt (II, III) oxide nanoparticles using Moringa Oleifera natural extract as high electrochemical electrode for supercapacitors. *AIP Conference Proceedings*, 1962, 40005. <https://doi.org/10.1063/1.5035543>
- Shete, R. C., Fernandes, P. R., Borhade, B. R., Pawar, A. A., Sonawane, M. C., & Warude, N. S. (2022, October 1). Review of Cobalt Oxide Nanoparticles: Green Synthesis, Biomedical Applications, and Toxicity Studies. *Journal of Chemical Reviews*, Vol. 4, pp. 331–345. Sami Publishing Company. <https://doi.org/10.22034/JCR.2022.342398.1172>
- Vladimirova, S., Krivetskiy, V., Rumyantseva, M., Gaskov, A., Mordvinova, N., Lebedev, O., ... Forsh, P. (2017). Co_3O_4 as p-type material for CO sensing in humid air. *Sensors (Switzerland)*, 17(10). <https://doi.org/10.3390/s17102216>
- Yanti, P. H., Mukhtar, A., & Astarina, A. (2015). Preparation and Characterization of Co_3O_4 Nano Powder. *Jurnal Kimia Valensi*, 1(2), 124–129. <https://doi.org/10.15408/jkv.v0i0.3176>