

## PENGARUH PERBEDAAN SUHU KALSINASI PADA SINTESA NANOPIGMENT COAL<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

Zulfikar Adi Bhaskara<sup>1</sup>, Fini Rizkita<sup>1</sup>, Anna Aqmaliah<sup>1</sup>, Nurul Hidayati Fithriyah<sup>1</sup>,  
Athiek Sri Redjeki<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Teknik Kimia, Universitas Muhammadiyah Jakarta, Jakarta,  
Jl Cempaka Putih Tengah, Cempaka Putih, Kota Jakarta Pusat 10510  
\*Email : zulfikaradi2202@gmail.com

### ABSTRAK

Kobalt merupakan bahan kimia yang umum digunakan sebagai bahan pewarna di berbagai industri, oleh karena itu dilakukan pengembangan alternatif pembuatan pewarna dengan bahan baku CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebagai pigmen pada keramik dengan teknologi nano. CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> disintesa dengan metode bottom up dan kemudian dikalsinasi untuk menghasilkan pigmen. Nanopigmen kemudian dilakukan pengujian pengaruh suhu kalsinasi dan karakteristik yaitu XRD dan SEM. Variabel suhu kalsinasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu suhu 400, 500, 600, 700 dan 800°C dengan kondisi pH 8, waktu pengadukan 2.5 jam dan penambahan tween sebagai surfaktan. Dari penelitian ini didapatkan hasil optimum pada suhu 800°C melalui pengujian XRD dengan hasil; height: 163.4 dengan d-spacing 1.99229.

**Kata kunci:** Kobalt, nanopartikel, pigmen

### ABSTRACT

*Cobalt is a chemical commonly used as a colorant in various industries, therefore the development of alternative dye making with CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> raw materials as pigment in ceramic with nano technology. CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> was synthesized by a bottom up method and then calcined to produce pigment. Then Nanopigment tested the influence of calcination temperature and the characteristics of XRD and SEM. The calcination temperature variables used in this study were 400, 500, 600, 700 and 800°C with pH 8 conditions, 2.5 hours stirring time and addition of tween as surfactant. From this research we get optimum result at temperature 800°C through XRD test with result; height: 163.4 with d-spacing 1.99229.*

**Keywords :** Cobalt, nanoparticle, pigment

### PENDAHULUAN

Nanoteknologi memiliki banyak peluang untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang. Salah satunya dimanfaatkan sebagai teknologi pembuatan pigmen warna. Penelitian menunjukkan bahwa dibutuhkan pigmen 5-12% jika ukuran partikel 0,2-0,5µm, sedangkan jika ukuran partikel pigmen 50-100 nm, diperlukan pigmen sebanyak 2-2,5%.

Pigmen Kobalt Alumina (CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) memiliki sifat seperti keramik dan banyak digunakan sebagai pigmen biru. Pigmen ini tidak hanya memiliki karakter optik yang unik namun juga sangat stabil, memiliki ketahanan yang tinggi terhadap cahaya dan cuaca serta tahan banting. Oleh karena itu, dikembangkan penggunaan CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> secara luas sebagai pigmen keramik.

Baru-baru ini, metode kimia basah telah diterapkan untuk membuat CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel

namun proses ini sangat mahal, sulit digunakan dan memiliki produktivitas rendah.

Dewasa ini, telah dikembangkan metode CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinels yang ditandai dengan ukuran partikel halus dan distribusi seragam. Namun, sebagian besar proses ini mahal, sulit dalam operasi dan produktivitas rendah.

Pigmen dari CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dalam ukuran biasa memiliki ukuran partikel yang tidak seragam dan memiliki tingkat pengotor yang tinggi dibandingkan dengan pigmen berukuran nano.

### METODE

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen sintesa nanopigmen kobalt untuk menghasilkan pigmen yang diinginkan.

#### *Sintesa Nanopartikel*

Pembuatan pigmen nano-CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pigments disintesa menggunakan metode

bottom-up. Dalam metode ini, larutan garam ( $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , dengan dengan asam sitrat) dihomogenkan menggunakan aquadest dan diaduk selama 30 menit. Lalu ditambah PVA dan Tween 80 dan diaduk kembali selama 30 menit.

Larutan dibuat pH 8 dengan menggunakan NaOH 3M. Larutan diaduk kembali selama 2.5 jam pada temperature ruang.

Larutan yang didapat kemudian diendapkan dan disaring lalu dicuci dengan aquadest hingga pH netral. Setelah itu, endapan dikeringkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 1 jam untuk menghilangkan air.

Endapan pigment yang telah kering di kalsinasi pada variasi suhu 400, 500, 600, 700,  $800^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

#### Karakterisasi Nanopartikel

Untuk mengidentifikasi dan menentukan secara kuantitatif fasa kristal yang menggunakan XRD (X-Ray Diffraction). Untuk melihat morfologi dan topografi dari permukaan material melalui hamburan elektron Secondary Electron (SE) dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy).

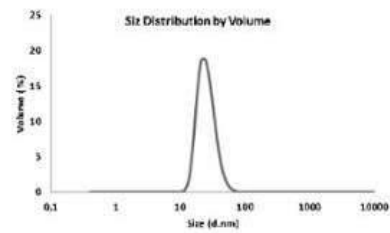
#### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada gambar menunjukan bahwa kenaikan suhu kalsinasi meningkatkan kepekatan warna nanopartikel pigmen dari biru muda hingga biru cerah. Hal ini mengindikasikan semakin sempurnanya proses kalsinasi yang menguraikan oksida atau anion pengotor lainnya pada permukaan nanopartikel sehingga karakter warna biru dari pigmen tampak semakin jernih dan jelas.



Gambar 5.1 Produk nanopartikel  $\text{CoAl}_2\text{O}_4$  hasil kalsinasi pada suhu  $400\text{--}800^\circ\text{C}$

Sebagai pembandingan, hasil penelitian dari peneliti sebelumnya dapat dilihat pada



Gambar 2. Uji PSA



No	L	a	b
1	43,79	-21,24	-22,75
2	34,81	-25,87	-7,84
3	35,37	-25,67	-8,22
4	48,11	-19,51	-31,17
5	21,12	-7,78	-0,11
6	19,81	-3,90	0,48

Gambar 3 Uji warna

Gambar 5.2. Tampak kemiripan warna pigmen hasil sintesa dengan pembandingan sampel yang memiliki warna paling mendekati standar (cetak merah). Distribusi ukuran partikel pembandingan adalah antara 10 – 100 nm dengan ukuran mayoritas pada sekitar 20 nm.

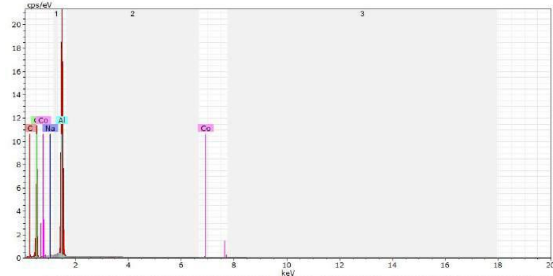
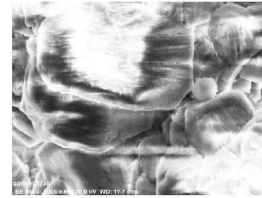
Produk nanopartikel juga diuji dengan instrumen X-Ray Diffraction untuk mendapatkan jarak rata-rata antar kisi kristal *d-spacing* dengan hasil sebagaimana disajikan sebagai berikut.

No	Suhu	<i>d-spacing</i> (Å)
1	400	0.9036
2	500	1.98949
3	600	1.9890
4	700	1.98884
5	800	1.99229

Hasil uji XRD menunjukkan bahwa kalsinasi efektif dimulai pada suhu  $500^\circ\text{C}$  di mana jarak kisi kristal Cobalt mulai meningkat rata-rata sekitar 2 kali lipat dari 1 ke 2 Å dibandingkan pada suhu kalsinasi  $400^\circ\text{C}$ . Tampak bahwa pigmen yang dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$  masih menunjukkan warna dominan putih dari komponen pengotor permukaan partikel. Dari data tersebut di dapat

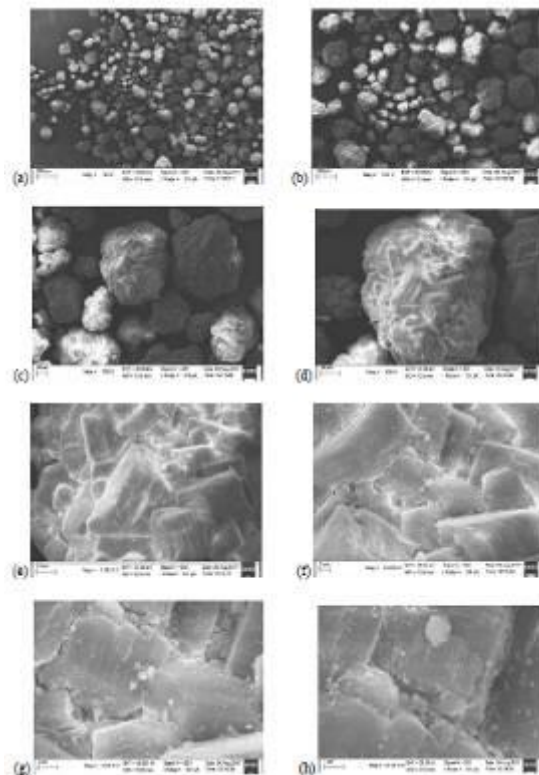
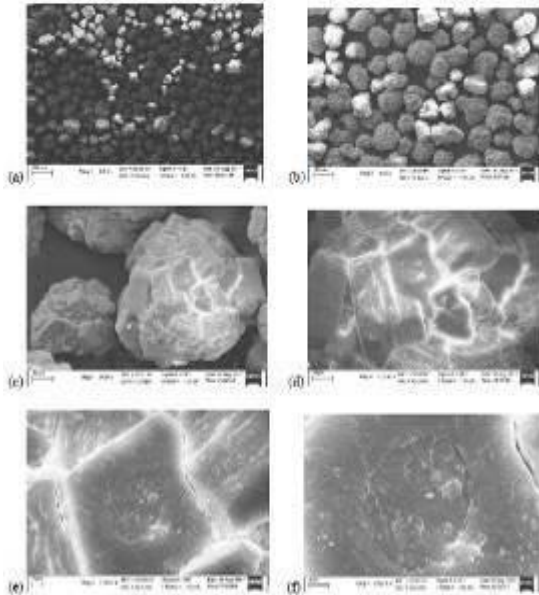
disimpulkan bahwa pada suhu 800°C jarak antar kisi yang paling besar.

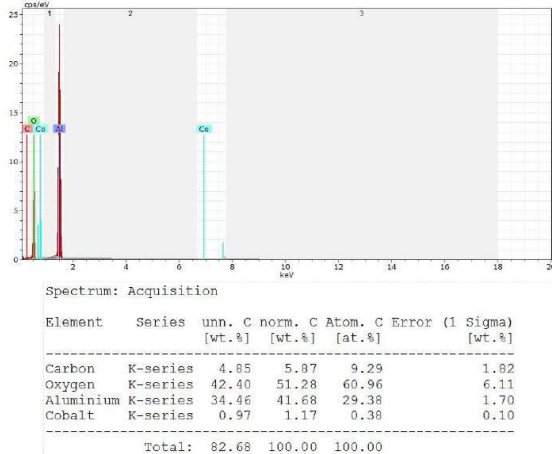
Hasil nanopigmen juga diuji menggunakan SEM-EDX dengan berbagai berbagai skala perbesaran. Hasil SEM dan hasil analisa EDX dapat dilihat pada gambar dibawah ini. Hasil SEM tersebut menunjukkan bahwa ukuran partikel pigmen telah cukup seragam yang mengindikasikan bahwa prosedur sintesa nanopartikel telah dilaksanakan dengan baik. Hasil analisa EDX mengkonfirmasi bahwa partikel dengan gambar gelap mengandung unsur dominan Cobalt, sedangkan bagian yang cenderung terang mengandung unsur dominan Aluminium dan Oksigen. Rasio fraksi mol antara Aluminium dan Oksigen sekitar 1:2 yang mengkonfirmasi struktur aluminat  $Al_2O_4^{2-}$ . Masih terdapat unsur pengotor Carbon dan Natrium dengan kandungan yang cukup signifikan dalam sampel pigmen yang dikalsinasi pada suhu 400°C. Unsur pengotor Natrium tidak lagi ditemukan pada sampel pigmen yang dikalsinasi pada suhu yang lebih tinggi, dalam hal ini 800°C.



Spectrum: Acquisition

Element	Series	unn. [wt. %]	norm. [wt. %]	C Atom. [at. %]	Error (1 Sigma) [wt. %]
Carbon	K-series	3.88	5.16	8.17	1.49
Oxygen	K-series	39.98	53.12	63.12	5.65
Sodium	K-series	0.35	0.47	0.39	0.07
Aluminium	K-series	29.59	39.32	27.71	1.46
Cobalt	K-series	1.45	1.93	0.62	0.13
Total:		75.26	100.00	100.00	





## SIMPULAN DAN SARAN

Suhu kalsinasi optimum didapatkan pada 800°C yang ditunjukkan dengan warna paling mendekati dengan standar dan jumlah unsur pengotor paling sedikit serta ukuran partikel pigmen relatif lebih kecil dan rentang distribusinya lebih lebar. Suhu kalsinasi efektif dimulai pada suhu 500°C.

Pada pengujian menggunakan SEM menunjukkan hasil berupa partikel dengan ukuran yang sudah seragam.

## DAFTAR PUSTAKA

- Arief, Muhammad. Sintesis dan karakterisasi nanopartikel seng oksida (ZnO) dengan metode proses pengendapan kimia basah dan hidrotermal untuk aplikasi fotokatalisis. Skripsi Sarjana, Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok, 2011.
- Chen ZZ, Shi EW, Li WJ, Zheng YQ, Zhuang JY, Xiao B. 2004. Preparation of nanosized cobalt aluminate powders by a hydrothermal method. *Mater Sci Eng*, 107:217–227.
- Costa, G.M.J.; Ribeiro, J.A.; Labrincha, M.; Dondi, F.; Matteucci, G.; Cruciani. 2008. Malayaite ceramic pigments prepared with galvanic sludge. *Dyes and Pigments*. 78 : 157-164
- Erdawati; Yusmaniar, and Sundari, Rita. 2016. The fabrication of CoMgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> for adsorption of Malachite Green. *Sains Malaysiana* (akan diterbitkan)
- Erdawati; Yusmaniar, and Rita Sundari. 2015. The study of cyclic voltammetry behavior of transition metal dopant in magnesium ferrites. *Asian Journal of Chemistry* 27: 4693-4698.
- Gama, L; Ribeiro, MA; Barros, BS; Kiminami, RHA; Weber, IT; Costa, ACFM. 2013. Synthesis and characterization of the NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinels by the polymeric precursors method. *J Alloys Compd*, 483:453–63.
- Gomes, Y.F.; Medeiros, P.N.; Bomio, M.R.D.; Santos, I.M.G.; Paskocimas, C.A.; Nascimento, R.M.; Motta, F.V. 2015. Optimizing the synthesis of cobalt aluminate pigment using fractional factorial design. *Ceramics International* 41: 699-706
- Guangye, Wei; Jingkui, Qu; Zhihui, Yu; Yongli, Li; Qiang, Guo; Tao, Qi. 2015. Mineralizer effects on the synthesis of amorphous chromium hydroxide and chromium oxide green pigment using hydrothermal reduction method. *Dyes and Pigments* 113 : 487-495
- Jin-Ho, Kim; Bo-Ram, Son; Dae-Ho, Yoon; Kwang-Taek, Hwang; Hyung-Goo, Noh; Woo-Seok, Cho; Ung-Soo, Kim. 2012. Characterization of blue CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nano-pigment synthesized by ultrasonic hydrothermal method. *Ceramics International* 38 : 5707-5712
- Lalena, John N. and David, A.C. 2010. Principle of inorganic materials design, 2nd edition. New Jersey, John Wiley and Sons. Meskin, Pavel E.; Ivanov, Vladimir K.; Barantchikov, Alexander E.; Churagulov, Bulat R.; Tretyakov, Yury D. 2006. Ultrasonically assisted hydrothermal synthesis of nanocrystalline ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and Ni<sub>0.5</sub>Zn<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> powders. *Ultrasonics Sonochemistry* 13 : 47-53
- Peymannia, Masoud; Soleimani-Gorgani, Atashah; Ghahari, Mehdi; Najafi, Farhood. 2014. Production of a stable and homogeneous colloid dispersion of nano CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pigment for ceramic ink-jet ink. *Journal of the European Ceramic Society* 34: 3119-3126

- Sheptyakov, DV; Pomjakushin, VY; Stern, R; Heinmaa, I; Nakamura, H; Kimura, T. 2012. Two types of adjacent dimer layers in the low-temperature phase of BaCuSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>. *Phys Rev B*, 86: 014433:1-8
- Un, Umran Tezcan; Ozel, Emel. 2013. Electrocoagulation of yogurt industry wastewater and the production of ceramic pigments from the sludge. *Separation and Purification Technology* 120 386-391
- Yan Chen, Yuan Zhang, Shouhua Feng. 2014. Hydrothermal synthesis and properties of pigments Chinese purple BaCuSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub> and dark blue BaCu<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. *Dyes and Pigments* 105 : 167-173
- Zhongfu Li, Yi Dun , Zhongtao Chen, Dandan Sun, Chaofeng Zhu. 2015. Synthesis and characterization of cobalt doped green ceramic pigment from tannery sludge. *2015 Ceramics International* 41 : 12693–12699
- Zhizhan Chen, Erwei Shi, Wenjun Li, Yanqing Zheng, Weizhuo Zhong. 2002. Hydrothermal synthesis and optical property of nano-sized CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pigment. *Materials Letters* 55 : 281-284
- Ziwei Tang, Liqun Zhou, Lan Yang, Fen Wang. 2009. A study on the structure transformation and luminescence of Eu(III) titanate nanotubes synthesized at various hydrothermal temperatures. *Journal of Alloys and Compounds* 481 : 704-709