

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL
BERBASIS POLIOKSOMETALAT TIPE KEGGIN
 $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ DENGAN PENGEMBAN SiO_2 , TiO_2 ,
 $ZrOCl_2$ dan $TaCl_5$.**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Sarjana Sains di bidang studi Kimia pada Fakultas MIPA.**

Oleh :

RANDI OSCAR SARAGIH

08101003055



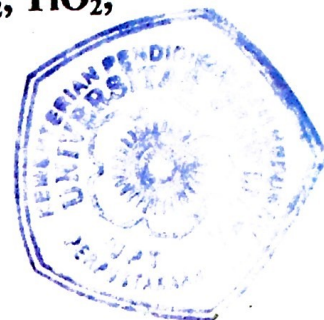
**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

2014

S
541.307
Sar
P
2014
Ci- 142361

R: 27956/28538

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL
BERBASIS POLIOKSOMETALAT TIPE KEGGIN
 $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$ DENGAN PENGEMBAN SiO_2 , TiO_2 ,
 $ZrOCl_2$ dan $TaCl$.**



SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
Gelar Sarjana Sains di bidang studi Kimia pada Fakultas MIPA.**

Oleh :

RANDI OSCAR SARAGIH

08101003055



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

2014

HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis
Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$
dengan Pengemban SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$.

Nama Mahasiswa : Randi Oscar Saragih

NIM : 08101003055

Jurusan : Kimia

Telah disetujui untuk disidangkan pada tanggal 4 Juli 2014.

Indralaya, 8 Juli 2014

Pembimbing:

1. Aldes Lesbani, Ph.D

NIP : 197408121998021001

()

2. Dr. rer. nat. Risfidian Mohadi, M.Si

NIP : 197711272005011003

()

HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI

Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial
Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$
dengan Pengemban SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$.

Nama Mahasiswa : Randi Oscar Saragih
NIM : 08101003055
Jurusan : Kimia

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada
tanggal 4 Juli 2014 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai dengan
masukan Panitia Sidang Ujian Skripsi.

Indralaya, 4 Juli 2014

Pembimbing

1. Aldes Lesbani, Ph.D.
2. Dr.rer.nat. Risfidian Mohadi, M.Si

(.....)

(.....)

Pembahas :

1. Nurlisa Hidayati, M.Si
2. Dr. Poedji Loekitowati, M.Si
3. Dr. Elfita, M.Si

(.....)

(.....)

(.....)

Mengetahui
Ketua Jurusan Kimia

Dr. Suheryanto, M.Si.
NIP. 196006251989031006



PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama mahasiswa : Randi Oscar Saragih

NIM : 08101003055

Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri dan karya ilmiah ini belum pernah diajukan sebagai pemenuhan persyaratan untuk memperoleh gelar kesarjanaan strata satu (S1) dari Universitas Sriwijaya maupun perguruan tinggi lainnya.

Semua informasi yang dimuat dalam skripsi ini yang berasal dari penulis lain baik yang dipublikasikan atau tidak telah diberikan penghargaan dengan mengutip nama sumber penulis secara benar. Semua isi dari skripsi ini sepenuhnya menjadi tanggung jawab saya sebagai penulis.

Demikianlah surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Indralaya, 8 Juli 2014

Penulis,

Randi Oscar Sargih

NIM. 08101003055

HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama mahasiswa : Randi Oscar Saragih
NIM : 08101003055
Fakultas/Jurusan : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam/Kimia
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sriwijaya “hak bebas royalti non-eksklusif (*non-exclusively royalty-free right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :
“Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan Pengemban SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$ ”
Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan hak bebas royalti non-eksklusif ini Universitas Sriwijaya berhak menyimpan, mengalihmedia/memformatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir atau skripsi saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/ pencipta dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya.

Indralaya, 8 Juli 2014

Yang menyatakan

Randi Oscar Saragih

NIM. 08101003055

SEBUAH PERSEMBAHAN

"Demikianlah tinggal ketiga hal ini, yaitu iman, pengharapan dan kasih, dan yang paling besar di antaranya ialah kasih (I Korintus 13:13)"

Jangan beri kesempatan pada diri sendiri untuk menunda-nunda sesuatu yang harus dilakukan. Pastikan untuk segera bertindak seperti yang telah Anda putuskan !

"ACTION IS POWER"

Kupersembahkan karya kecil ini untuk:

- ❖ Tuhan Yang Maha Esa*
- ❖ Bapak dan Mamak (Sy Adi Sahdjaman Saragih & Nuriati br Purba)*
- ❖ Kedua Adikku (Ambo Saragih & Metrin Saragih)*
- ❖ Teman-temanmu dan orang yang kusayangi*
- ❖ Almamaterku*

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat yang diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan Pengemban SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$.**

Ucapan terimakasih yang setulusnya disertai dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat kepada kedua pembimbing yang telah membimbing, Bapak Aldes Lesbani, Ph.D dan Bapak Dr. rer. nat. Risfidian Mohadi, M.Si, yang mengarahkan penulis dengan penuh kesabaran, perhatian dan ikhlas telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terima kasih juga ditujukan kepada:

1. Dr Suheryanto, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya.
2. Dr Eliza, M.Si., selaku dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan selama masa perkuliahan hingga penyelesaian tugas akhir.
3. Kementerian Riset dan Teknologi melalui Insentif Ristek Sinas tahun 2014 yang telah mendanai penelitian ini.
4. Dr Elfita, M.Si., Dr Poedji Loekitowati, M.Si. dan Nurlisa Hidayati, M.Si. selaku dosen pembahas yang telah banyak memberikan saran dalam penulisan skripsi ini.

5. Seluruh Staf Dosen Pengajar dan karyawan Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan yang bermanfaat.
6. Kedua orang tua dan kedua adekku serta hasianku Novida Sinaga terima kasih atas segala dukungan, kasih sayang dan doa yang menjadi kekuatan.
7. Kedua partner ku Metha Astriani Siregar dan Hesti Rizki Amalia yang telah banyak membantu dalam pengerjaan skripsi ini.
8. Seluruh teman-teman Mahasiswa Kimia 2010 : Nova Sagala, Eiffel Gultom, Josen Hutajulu, Eggy Nainggolan, Arianty Marpaung, Herlina Nainggolan, Rince Nainggolan, Uci Munthe, Hesti Harahap, Minaria, Winda Pirnando, Uly, Anna Maria, Anna Maratus, Novi Karim, Agnes, Eva, Harian, Rizan, Gago, Madon, Angga, Agus, Devi, Pebi, Adi, Riandi, Mamat, Ongki.
9. Teman-teman di Sektor Muhajirin : Riama, Yolanda, Anne, Marta Ozil, Jantho, Saleh, Bran, Mutiara, Chengtor, Dosu, dll serta kedua adik tingkat ku Vitra Wahyuni Lingga dan Leni Sinaga yang telah memberikan dukungan.

Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua yang membaca, khususnya mahasiswa Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Indralaya. Atas kekurangan dalam penulisan skripsi ini penulis minta maaf, akhir kata penulis ucapkan terima kasih.

Indralaya, Juli 2014

Penulis

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF NANOMATERIAL
BASED ON KEGGIN TYPE POLYOXOMETALATE $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$
WITH SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ and $TaCl$ SUPPORT**

**RANDI OSCAR SARAGIH
08101003055**

ABSTRACT

Preparation of nanomaterial based on polyoxometalate with SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ and $TaCl$ to form nanomaterial $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$, $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$, $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$ and $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-Ta$ has been carried out. Nanomaterials were characterized using FT-IR, XRD and SEM. The results of characterization show that nanomaterials $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ and $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ were the best nanomaterial from preparation. The main vibration FT-IR characterization of functional group from $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ appeared at wavenumbers 462 cm^{-1} , 694 cm^{-1} , dan 1087 cm^{-1} . Nanomaterial $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ has vibration at wavenumbers 601 cm^{-1} and 786 cm^{-1} . XRD diffraction pattern for nanomaterials $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ and $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ show both nanomaterials were successfully supported by metal oxides. The SEM photo analysis of $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ and $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ show material with nano size. FT-IR spectrum and XRD pattern of $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$ and $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$ show supporting of metal oxides TiO_2 and $ZrOCl_2$ did not proceeded. Nevertheless, SEM photo show $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$ and $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$ form material with nano size and has homogeneous distribution.

Keywords : nanomaterial, polyoxometalate, SiO_2 , $ZrOCl_2$, TiO_2 , $TaCl$.

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL BERBASIS
POLIOKSOMETALAT TIPE KEGGIN $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ DENGAN
PENGEMBAN SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$.**

**RANDI OSCAR SARAGIH
08101003055**

ABSTRAK

Preparasi nanomaterial berbasis polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$ membentuk nanomaterial $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$, $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$, $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$ dan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ telah dilakukan. Nanomaterial dikarakterisasi menggunakan FT-IR, XRD dan SEM. Hasil karakterisasi menunjukkan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ dan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ merupakan nanomaterial terbaik hasil preparasi. Vibrasi utama karakterisasi FT-IR menunjukkan gugus fungsional $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ muncul pada gelombang 462 cm^{-1} ; 694 cm^{-1} dan 1087 cm^{-1} . Nanomaterial $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ muncul vibrasi pada gelombang 601 cm^{-1} dan 786 cm^{-1} . Pola difraksi XRD untuk masing-masing nanomaterial $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ dan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ menunjukkan bahwa kedua nanomaterial berhasil diemban. Hasil analisis SEM terhadap $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ dan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$ menunjukkan material yang berukuran nano. Spektra FT-IR dan data XRD menunjukkan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$ dan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$ tidak berhasil diemban dengan oksida TiO_2 dan $ZrOCl_2$ walaupun demikian foto SEM menunjukkan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$ dan $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$ membentuk ukuran nano yang homogen.

Kata Kunci : nanomaterial, polioksometalat, SiO_2 , $ZrOCl_2$, TiO_2 , $TaCl$.

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI	ii
HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI	iii
PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH.....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	v
SEBUAH PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
ABSTRAK	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN.....	xviii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Senyawa Polioksometalat	5
2.2 Senyawa Polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}]$	6
2.3 Katalis.....	7
2.4 Sifat Katalitik dari Senyawa Polioksometalat	8
2.5 Material Nanopartikel	9
2.6 Oksida Logam	10
2.6.1 Silika Oksida (SiO_2)	10
2.6.2 Titanium Oksida (TiO_2)	11
2.6.3 Zirkonium Oksida (ZrO_2)	12
2.6.4 Tantalum Oksida (Ta)	13

2.7 Spektrofotometer FT-IR	14
2.8 Difraktometer XRD	16
2.9 SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>).	18
BAB III METODE PENELITIAN	19
3.1 Waktu dan Tempat	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Prosedur Penelitian	20
3.3.1 Preparasi Senyawa Polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ Dan Karakterisasinya	20
3.3.2 Preparasi Nanomaterial Polioksometalat-Oksida Logam dan Karakterisasinya	20
3.3.2.1 Preparasi Nanomaterial Polioksometalat/SiO ₂	21
3.3.2.2 Preparasi Nanomaterial Polioksometalat/TiO ₂	21
3.3.2.3 Preparasi Nanomaterial Polioksometalat/ZrOCl ₂	21
3.3.2.4 Preparasi Nanomaterial Polioksometalat/TaCl	22
3.3.2.5 Karakterisasi Nanomaterial.....	22
3.3.3 Analisis Data	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	24
4.1 Preparasi dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$	24
4.2 Preparasi dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$	26
4.3 Preparasi dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$	30
4.4 Preparasi dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$	34
4.5 Preparasi dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$	38
4.6 Perbandingan Nanomaterial yang Terbentuk dari Senyawa Polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dan Oksida Logam SiO ₂ , ZrOCl ₂ , TiO ₂ dan TaCl	42
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	44

5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
DAFTAR PUSTAKA	45
LAMPIRAN	48

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Sifat Fisik dan Kimia Tantalum	14
Tabel 2. Bilangan Gelombang $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$; SiO_2 ; $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}]-SiO_2$	27
Tabel 3. Bilangan Gelombang $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$; TiO_2 ; $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}]-TiO_2$	31
Tabel 4. Bilangan Gelombang $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$; $ZrOCl_2$; $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}]-ZrOCl_2$	35
Tabel 5. Bilangan Gelombang $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$; $TaCl$; $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}]-TaCl$	39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur isomer (a) α - $\text{XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ (b) β - $\text{XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$	6
Gambar 2. Struktur Silika Dioksida	11
Gambar 3. Spektrofotometer FT-IR	15
Gambar 4. Spektrum FT-IR senyawa polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	25
Gambar 5. Pola difraksi XRD senyawa polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	25
Gambar 6. Hasil analisis SEM senyawa polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	26
Gambar 7. Spektrum FT-IR : (A) Polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$; (B) Oksida Logam SiO_2 ; (C) $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\text{-SiO}_2$	28
Gambar 8. Pola difraksi XRD : (A) Oksida Logam SiO_2 ; (B) Polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$; (C) $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$	29
Gambar 9. Hasil analisis SEM nanomaterial $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$...	30
Gambar 10. Spektrum FT-IR : (A) Polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$; (B) Oksida Logam TiO_2 ; (C) $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\text{-TiO}_2$	31
Gambar 11. Pola difraksi XRD : (A) Oksida Logam TiO_2 ; (B) Polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$; (C) $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$	32
Gambar 12. Foto permukaan nanomaterial $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$	33
Gambar 13. Hasil analisa SEM-EDX nanomaterial $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$	33
Gambar 14. Spektrum FT-IR : (A) Polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$; (B) Oksida Logam ZrOCl_2 ; (C) $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\text{-ZrOCl}_2$	35
Gambar 15. Pola difraksi XRD : (A) Oksida Logam ZrOCl_2 ; (B) Polioksometalat $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$; (C) $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$	36
Gambar 16. Foto permukaan SEM nanomaterial $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$	37

Gambar 17. Hasil analisa SEM-EDX nanomaterial H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀].nH ₂ O-ZrOCl ₂	38
Gambar 18. Spektrum FT-IR : (A) Poliksometalat H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀].nH ₂ O; (B) H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀]-TaCl.....	39
Gambar 19. Pola difraksi XRD : (A) Oksida Logam TaCl; (B) Poliksometalat H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀].nH ₂ O; (C) H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀].nH ₂ O-TaCl	40
Gambar 20. Foto permukaan SEM nanomaterial H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀].nH ₂ O-TaCl	41
Gambar 21. Hasil analisa SEM-EDX nanomaterial H ₄ [α-SiW ₁₂ O ₄₀].nH ₂ O-TaCl.....	41

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Spektra FT-IR senyawa polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$	48
Lampiran 2. Spektra FT-IR SiO_2	49
Lampiran 3. Spektrum FT-IR senyawa polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$	50
Lampiran 4. Spektra FT-IR TiO_2	51
Lampiran 5. Spektrum FT-IR senyawa polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$	52
Lampiran 6. Spektra FT-IR ZrO_2	53
Lampiran 7. Spektrum FT-IR senyawa polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$	54
Lampiran 8. Spektrum FT-IR senyawa polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$	55
Lampiran 9. Data Digital XRD polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$	56
Lampiran 10. Data Digital XRD polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$	57
Lampiran 11. Data Digital XRD polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$	58
Lampiran 12. Data Digital XRD polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$	59
Lampiran 13. Data Digital XRD polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl$	60
Lampiran 14. Hasil Preparasi Senyawa Polioksometalat	61

DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN

Daftar Istilah

1. Metode Hammett = sebuah pengukuran keasaman yang digunakan untuk larutan asam kuat yang sangat pekat
2. FT-IR = fourier tranform infrared spectroscopy
3. SEM = scanning electron microscopy
4. XRD = x-ray diffraction
5. NMR = nuclear magnetic resonance
6. H_2SO_4 = asam sulfat
7. HNO_3 = asam nitrat
8. TEM = transmission elektron microscopy
9. SPM = scanning probe microscopy
10. CRT = cathode ray tube

Daftar singkatan

1. nm = nanometer
2. Å = Amstrong
3. Tl = titik leleh
4. Td = titik didih
5. g = gram
6. mL = milliliter
7. μm = mikrometer
8. Ta = tantalum



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa polioksometalat adalah senyawa kluster metal-oksigen yang banyak dimanfaatkan sebagai katalis karena mempunyai sifat keasaman yang diukur dengan metode Hammett yang melebihi keasaman asam sulfat. Kelebihan senyawa polioksometalat yakni mempunyai sifat oksidasi reduksi karena adanya muatan negatif yang tinggi dan telah diaplikasikan dalam bidang industri terutama di negara maju (Hill, 2006).

Penelitian tentang senyawa polioksometalat ditunjukkan karena keunggulannya sebagai katalis baik sebagai katalis reaksi asam basa maupun reaksi oksidasi reduksi. Penggunaan katalis cairan yang dapat menyebabkan korosi seperti asam-asam mineral anorganik telah dikurangi dan sebagai gantinya padatan-padatan anorganik yang tidak korosif telah digunakan dengan tidak menimbulkan resiko bagi lingkungan dan korosi pada pabrik seperti senyawa polioksometalat (Hill, 2006).

Nakagawa *et al.* (2007) mengemukakan penggunaan polioksometalat sebagai katalis tidak hanya dalam skala laboratorium tetapi juga dalam skala industri seperti di Jepang. Namun pembuatan polioksometalat yang baru seperti mengganti atom-atom dalam struktur Keggin relatif sulit dilakukan karena heteroatom dalam struktur $[XMO_{40}]^{n-}$ memerlukan teknik khusus. Untuk saat ini yang dilakukan adalah modifikasi senyawa polioksometalat, namun diharapkan senyawa yang terbentuk tetap berukuran nano.

Katalis nano seringkali tidak bisa digunakan begitu saja sebagaimana layaknya, katalis padat konvensional berbentuk pelet yang ditempatkan pada kolom reaktor. Kendala utama yang bakal dihadapi adalah proses aglomerasi yang mengakibatkan berkurangnya luas permukaan kontak sekaligus hilangnya reaktifitas katalisis. Disamping itu, besar kemungkinan akan terjadi perlambatan aliran fluida reaktan karena ukuran katalis yang kecil dapat meningkatkan kerapatan. Pada akhirnya, nanokatalis akan berfungsi dengan baik apabila diemban oleh semacam material lain yang berperan sebagai pendispersi (Lihertlinah *et al.* 2009).

Pada penelitian ini dikaji preparasi nanomaterial berbasis senyawa polioksometalat $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan pengemban SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$. Pemilihan oksida logam sebagai pengemban dilakukan berdasarkan kemiripannya dengan senyawa polioksometalat dimana keduanya sama-sama mengandung oksigen dan diharapkan menghasilkan nanomaterial yang unggul ditandai dengan ukuran yang seragam dan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi.

Pada penelitian ini juga dilakukan karakterisasi senyawa polioksometalat tipe Keggin $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan beberapa pengemban seperti SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$. Untuk mengetahui gugus fungsi senyawa polioksometalat serta untuk mengetahui berhasil atau tidak SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$ diemban oleh senyawa polioksometalat akan dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD. Karakterisasi ini dilakukan baik sebelum maupun sesudah SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$ diemban oleh senyawa polioksometalat. Karakterisasi

menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui struktur permukaan dari senyawa polioksometalat yang telah diomban dengan SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 dan TaCl .

1.2 Rumusan Masalah

Nanomaterial merupakan material yang sangat dibutuhkan dalam sintesis senyawa-senyawa anorganik. Pengembangan nanomaterial berbasis polioksometalat dilakukan dengan cara memodifikasinya dengan menggunakan pengemban oksida logam dan TaCl . Pada penelitian ini digunakan senyawa polioksometalat sebagai reaktan dengan material pengemban seperti silika oksida (SiO_2), titanium oksida (TiO_2), zirkonium oksida diklorida (ZrOCl_2) dan tantalum klorida (TaCl). Dengan menggunakan oksida dan logam sebagai pengemban diharapkan akan manghasilkan nanomaterial yang mempunyai sifat katalitik yang tinggi.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Sintesis nanomaterial $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan pengemban SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 dan TaCl dan karakterisasi menggunakan X-Ray difraktometer (XRD) dan Spektrofotometer FTIR.
2. Mendapatkan nanomaterial terbaik hasil sintesis dari $\text{H}_4[\alpha\text{-SiW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan pengemban SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 dan TaCl berdasarkan data SEM.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengembangan sintesis nanomaterial $H_4[\alpha-SiW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan pengemban SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl$.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin dan Khairurrijal. 2008. "Karakterisasi Nanomaterial", *Jurnal Nanoscience dan Teknologi*, Bandung, 2(1).
- Andriyani. 2005. *Senyawa Heteropoliacid Sebagai Katalis Pada Sistem Homogen Dalam Pelarut Organik*, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Antovska, P., Cvetkovska, M., Goračinova, K.. 2006. *Preparation and Characterization of Sol-Gel Processed Spray Dried Silica Xerogel Microparticles as Carrier of Heparin Sodium*, *Bulletin of the Chemists and Technologists of Macedonia*, 25(2): 121-126.
- Chang, R. 2010. *Chemistry, 10th Edition*. McGraw-Hill Companies, Inorganic, New York.
- Clark, J. H. 1998. *Green Chemistry: Challenges and Opportunities*. Department of Chemistry, University of York, New York.
- Contant, R., Abbessi, M., Thouvenot, R., Herve,. 2004. *Inorganic Chemistry*.
- Darjito. 2001. *Unsur Transisi Periode Kedua Dan Ketiga*. Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
- Devassy, B. M., Halligudi, S.B., Hegde, S.G., Halgeri, A.B., Lafebvre, F. 2002. 12-Tungstophosphoric Acid/Zirconia-A Highly Active Stable acid-Comparison With A Tungstated Zirconia Catalyst, *Chemistry Commun*.
- Fatmawati,. 2009. *Peningkatan Aktivitas Katalitik TiO₂ dan ZrO₂ Melalui Pengembangan pada Matriks Al₂O₃-Montmorillonit*. Laporan Akhir Kegiatan Hibah Penelitian Untuk Mahasiswa Program Doktor, UGM.
- Finke, R.G., Rapko, B.Saxton, R. J., Domaille, P.J. 1986. *Journal of American Chemical Society*, 108: 2947.
- Hill, Craig L. 2006. Progress and Challenges in Polyoxometalate-Based Catalysis and Catalytic Materials Chemistry, *Journal of Molecular Catalysis*, Department of Chemistry, Emory University, USA.
- Hites, R. A., and Biemann, K. 1970. *Analytic Chemistry*. Institute of Petroleum, London, 42: 855-909.
- Ismunandar,. 2004. *Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya*, Departemen Kimia FMIPA, ITB Press, Bandung.

- Matosa, F.M., Anjos Júniora, L.S. Cavalcanteb, V., Santosb, S.H., Lealc, L.S., Santos Júniora, M.R.M.C. Santosa, E. Longob. 2009. *Reflux Synthesis and Hydrothermal Processing of ZrO₂ Nanopowders at Low Temperature*. Universidade Federal do Piauí, Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avanc, Teresina, PI, Brazil.
- Kim, H. J., Shul, Y. G., and Han, H. 2005. Synthesis of Heteropolyacid (H₃PW₁₂O₄₀)/SiO₂ Nanoparticles and Their Catalytic Properties, *Applied Catal. A: General*, 299 : 46-51.
- Kozhevnikov, Roberts, M., and Eric, D. 2002. *Catalysts for fine Chemical Synthesis, Vol. 2*, University of Liverpool, UK.
- Kroschwitz, J. 1990. *Polymer Characterization and Analysis*, John Wiley and Sons, Inc., Canada.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padavon, M., Petrini, G., Bordiga, S., dan Zeechina, A . 1997. *Catalysis. Today*, 34: 307-327.
- Lesbani, A. 2008. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat H₄[α -SiW₁₂O₄₀]. *Jurnal Penelitian Sains*, 11(1): 429-434.
- Liherlinah, M.A., dan Khairurrijal,. 2009. *Sintesis Nanokatalis CuO/ZnO/Al₂O₃ untuk Mengubah Metanol Menjadi Hidrogen untuk Bahan Bakar Kendaraan Fuel Cell*, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi* (online), 15, 90-95, <http://file.upi.edu>, diakses pada tanggal 20 Januari 2014 pukul 8.46 WIB.
- Nakagawa, Y., and Mizuno, N. 2007. Mechanism of H₂SiV₂W₁₀O₄₀] ⁴⁰⁻ Catalyzed Epoxidation of Alkenes With Hydrogen Peroxide. *Inorganic Chemistry*. 46: 1727-1736.
- Nerwman, A., Brown, D. R., Siril, P., Lee, A. F., Wilsom, K. 2006. Structural Studies of High Dispersion (H₃PW₁₂O₄₀)/SiO₂ Solid Acid Catalyst Physical Chemistry. *Chemical Physics*, 8: 2893-2902.
- Pozniczek, J., Lubanska, A., Micek-Ilnicka, A., Mucha, D., Lalik, E., Bielanski, A. 2006. TiO₂ and SiO₂ Supported Well-Dawson Heteropolyacid H₆P₂W₁₈O₆₂ As The Catalyst For ETBA Foration, *Appliation Catalitic A:General*, 298: 217-224.
- Purnawan, C., Patiha, Ayuningtyas, A.K. 2013. *Jurnal Penelitian. Reduksi Logam Berat Chromiu(VI) dengan Fotokatalis Komposit TiO₂-SiO₂*. Jurusan Kimia, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret, Surakarta

- Radim Beranek, and Horst Kisch. 2009. *Supplementary Information Tuning the Optical and Photoelectrochemical Properties of Surface-Modified TiO₂*. Institut für Anorganische Chemie der Universität Erlangen-Nürnberg, Egerlandstr. Erlangen, Germany.
- Richardson, J.T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press., New York.
- Saragih, S. · 2008. *Karbonilasi Metil Oleat Dengan Katalis PdCl₂/CuCl₂ Menggunakan Aerosil Sebagai Penyerap Air*. Skripsi. FMIPA Universitas Sumatera Utara.
- Sartono, A. A. 2006. Difraksi sinar-X(X-RD). *Tugas Akhir Mata Kuliah Proyek Laboratorium*. Departemen Fisika FMIPA Universitas Indonesia, Jakarta.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi Inframerah*. FMIPA, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
- Vogel. 1985. *Buku Teks Analisis An Organik Makro dan Semimakro*, Direvisi oleh G.Svehla, ed5, Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- Vogel. 2000. *Text Book of Quantitative Chemical Analysis*. Edisi 6. Pearson Education, London.
- Warren, E. 1969. *X-Ray Diffraction, Addition-Wesley Public: Messachssuset*.
- Widegren, J. A., Finke, R. G. 2003. *A Review of Soluble Transition-metal Nanoclusters as Arene Hydrogenation Catalysts*. *Journal of Molecular Catalysis A-Chemical*, 191(2): 187-207.
- Widi, Mastuti. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO₂ yang Diaplikasikan Pada Proses Degradasi Lingkungan*, *Indonesia Journal of Chemical Science*.
- Xu, L., Yang, X., Guo. Y., Maynurdader. 2008. Preparation of Mesoporous Polyoxometalate-talantum Pentoxide Composite Catalyst For Efficient Esterification of Fatty Acid, *Catalysis Communications*, 9: 1607-1611.
- Zakaria. 2003. *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istemewa Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction*, skripsi, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Halouleo, Kendari.
- Zhu, W., Huaming, L., Xiaoying, H., Zhang, Huoming, S., Yongsheng, Y.2007. Synthesis of Adipic Acid Catalyzed by Surfactant-type Peroxotungstates and Peroxomolybdates. *Catalysis Comuncations*, 9: 551-555.