

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL
BERBASIS POLIOKSOMETALAT TIPE DAWSON
(NH₄)₆[β-P₂W₁₈O₆₂].nH₂O YANG DIEMBAN DENGAN SiO₂,
TiO₂, ZrOCl₂, TaCl₅**

SKIRPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains bidang studi Kimia pada Fakultas MIPA



Oleh :

METHA ASTRIANI SIREGAR

08101093020

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SRIWIJAYA

2014

Kimia

R: 26740 / 27301

S
660.207
S
P
2014
G.142364.

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL
BERBASIS POLIOKSOMETALAT TIPE DAWSON
(NH₄)₆[β-P₂W₁₈O₆₂].nH₂O YANG DIEMBAN DENGAN SiO₂,
TiO₂, ZrOCl₂, TaCl₅**

SKIRPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains bidang studi Kimia pada Fakultas MIPA



Oleh :

METHA ASTRANI SIREGAR

08101003020

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

2014

HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul Makalah : Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis
Polioksmetalat Tipe Dawson $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$
dengan SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5

Nama Mahasiswa : Metha Astriani Siregar

NIM : 08101003020

Jurusan : Kimia

Telah disetujui untuk disidangkan pada tanggal 30 Juni 2014.

Indralaya, 30 Juni 2014


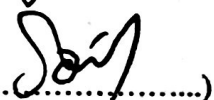
Pembimbing:

1. Aldes Lesbani, Ph.D

NIP. 1974 0812 1998 021001

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

NIP. 1977 1127 2005 011003

(..........)
(..........)

HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI

Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis
Polioksometalat Tipe Dawson $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$
yang Diomban Dengan SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5

Nama Mahasiswa : Metha Astriani Siregar

NIM : 080101003020

Jurusan : Kimia

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada
tanggal 30 Juni 2014 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai dengan
masukan Panitia Sidang Ujian Skripsi.

Indralaya, 8 Juli 2014

1. Aldes Lesbani, Ph.D

(.....)

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

(.....)

Pembahas :

1. Nurlisa Hidayati, M.Si

(.....)

2. Dra. Setiawati Yusuf, M.Si

(.....)

3. Dra. Fatma, M.S

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sriwijaya



Dr. Suheryanto, M.Si.
NIP. 196006251989031006

PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama Mahasiswa : Metha Astriani Siregar
NIM : 08101003020
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 lain.

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,



Metha Astriani Siregar
08101003020

**HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK
KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Sriwijaya, yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama Mahasiswa : Metha Astriani Siregar
NIM : 08091003020
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 Berbasis Polioksometalat Tipe Dawson $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O}$ dengan SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5 ”

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,



Metha Astriani Siregar
08101003020

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

"Doa orang benar, bila dengan yakin didoakan, sangat besar kuasanya
(Yakobus 5 : 16b)"

"Clear your mind of CANT"

"Untuk mendapatkan kesuksesan, keberanian harus lebih besar dari
ketakutanmu"

Ku persembahkan karya kecilku ini untuk :

- ↓ Tuhan Yang Maha Esa
- ↓ Papa dan Mama ku
- ↓ Ketiga Adikku
- ↓ Dosen pembimbing
- ↓ Sahabat, Teman dan orang yang kusayangi
- ↓ Almamaterku

Jangan berlarut-larut dalam kesedihan akan kesalahn diri sendiri, berdirilah
maju dan yakin akan diri sendiri. Tetap percaya dan berpengharapan selalu
kepada TUHAN karena akan indah pada waktunya"

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa penulis ucapkan karena berkat karunia-Nya penulis mampu menyelesaikan Tugas akhir dan skripsi yang berjudul **“Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis Polioksometalat Tipe Dawson $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5 ”**. Adapun skripsi ini disusun dalam rangka memenuhi syarat menyelesaikan tugas akhir serta untuk memperoleh gelar sarjana sains jurusan kimia FMIPA UNSRI.

Rasa syukur penulis ucapkan atas segala kemudahan yang penulis rasakan dan semua pihak yang menjadi perantara dalam mempermudah menyelesaikan Tugas Akhir dan Skripsi ini. Ucapan terima kasih yang tulus penulis ucapkan kepada:

1. **Drs. Muhammad Irfan M.T**, selaku dekan FMIPA Universitas Sriwijaya
2. Bapak **Dr. Suheryanto, M.Si** selaku ketua jurusan kimia
3. Kementerian Riset dan Teknologi RI melalui Insentif SINAS 2014
4. Bapak **Aldes Lesbani, Ph.D** selaku pembimbing utama dalam penyelesaian Tugas Akhir dan Skripsi ini, terima kasih atas setiap waktu yang Bapak berikan, bimbingan, perhatian dan kesabarannya selama ini dalam membimbing penulis.
5. Bapak **Dr.rer.nat Risfidian Mohadi** selaku pembimbing kedua dalam penyelesaian Tugas Akhir dan Skripsi ini, terima kasih atas setiap waktu yang bapak berikan, bimbingan, perhatian dan kesabarannya selama ini dalam membimbing penulis.
6. Ibu Dosen Pembahas **Nurlisa Hidayati, M.Si, Dra. Setiawati Yusuf, M.Si** dan **Dra. Fatma, M.S** yang telah memberi masukan-masukan yang sangat membangun dalam skripsi ini
7. Bapak dan Ibu pembimbing akademik **Addy Rachmat, M.Si** dan **Dr Poedji Loekitowati H, M.Si**, terimakasih atas bimbingan dan nasehat - nasehatnya selama studi penulis.

8. Seluruh dosen yang telah memberikan pengajaran hingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dan Skripsi.
9. Seluruh analis jurusan kimia, seluruh staf karyawan dan karyawan FMIPA dan Jurusan Kimia.
10. Untuk kedua orang tua ku tersayang (**M. R. Siregar dan Jurmiati**) yang telah memberikan dan melakukan yang terbaik dalam hidupku. Terima kasih buat Doa, motivasi, kesabaran kasih sayang dan kepedulian yang Papa dan Mama berikan selama ini.
11. Untuk Saudara ku (**Sondi, Evan, Jonathan**) terimakasih untuk Doa semangat dan kepedulian kalian untuk kakak dalam kuliah.
12. Untuk orang yang ku kasih makasih buat Doa, masukan, dukungan, dan semangat untukku, makasih untuk waktunya.
13. Untuk sahabat terbaik sekaligus partner anorganik ku Hesti Hahap, Hesti Rizki dan Winda, terima kasih untuk semua bantuan, semangat dan keceriaannya serta untuk kebersamaannya baik dalam suka maupun duka selama 4 tahun.
14. Buat partner anorganik baik Atul , Randi dan Minaria dan teman-teman yang lain, terima kasih untuk semua bantuan dan semangatnya
15. Untuk teman seperjuangan miki 2010 tetap semangat, kalian pasti bisa dan kenangan bersama kalian adalah yang terindah selama di bangku kuliah yang tidak bisa dilupakan.
16. Kakak-kakak ku kimia 2009, adik-adik ku kimia 2011, 2012 dan 2013 terus semangat dalam studi kuliahnya, terima kasih.

Penulis juga menyadari akan kekurangan disana-sini dalam pembuatan Tugas Akhir dan skripsi ini. Penulis juga mengharapkan saran dan kritik yang mampu menjadikan Tugas Akhir ini menjadi lebih baik untuk kedepannya, demikianlah penulis harapkan agar karya ini mampu berguna bagi kita semua.

Indralaya, 8 Juli 2014

Penulis

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF NANOMATERIAL
BASED ON DAWSON TYPE POLYOXOMETALATE $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ WITH SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5**

By :

**METHA ASTRIANI SIREGAR
08101003020**

ABSTRACT

Preparation of nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ with several other compound to form $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$, $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$, $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$, dan $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ have been carried out. Nanomaterials was characterized using FT-IR spectrophotometer, XRD analysis and SEM analysis. The result show that nanomaterials $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$, $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ were the best nanomaterials from preparation. Nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ has specific wavenumber at the range $780\text{-}1410\text{ cm}^{-1}$ for polyoxometalate and 462 cm^{-1} for SiO_2 . Nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ has specific wavenumber at the range $530\text{-}630\text{ cm}^{-1}$ for tantalum. XRD diffraction pattern for nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ and nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ has different pattern from $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$. SEM photo analysis shows size in the range of nano for $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ and $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$. FT-IR spectrum and XRD pattern of $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ and $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$ not show formation of nanomaterial from preparation using $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ and metal oxides TiO_2 and ZrOCl_2 . SEM photo analysis show $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ and $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$ have size in the classification of nanomaterial with distribution of size.

Key word : nanomaterial, polyoxometalate, SiO_2 oxide, TiO_2 oxide, ZrOCl_2 oxide, TaCl_5 compound.

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL BERBASIS
POLIOKSOMETALAT TIPE DAWSON $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ YANG
DIEMBAN DENGAN SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5**

Oleh :

**METHA ASTRIANI SIREGAR
08101003020**

ABSTRAK

Telah dilakukan preparasi senyawa polioksometalat tipe Dawson $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$ dengan senyawa lain membentuk $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$, $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$, $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$, dan $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$. Nanomaterial yang terbentuk dikarakterisasi melalui spektrofotometer FT-IR, analisis XRD, dan analisis SEM. Hasil analisis menunjukkan bahwa nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ dan nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ merupakan nanomaterial terbaik hasil preparasi. Nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ mempunyai bilangan gelombang spesifik dengan rentang $780\text{-}1410\text{ cm}^{-1}$ untuk polioksometalat dan 462 cm^{-1} untuk SiO_2 . Nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ mempunyai bilangan gelombang spesifik dengan rentang $530\text{-}630\text{ cm}^{-1}$ untuk talantum. Pola difraksi XRD masing-masing untuk nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ dan nanomaterial $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ menunjukkan perbedaan dengan difraksi $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$. Hasil analisis SEM menunjukkan ukuran pada $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ dan $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ masuk dalam rentang nano. Spektra FT-IR dan data XRD menunjukkan material $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ dan $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$ tidak berhasil diemban oleh oksida TiO_2 dan ZrOCl_2 . Hasil analisis SEM menunjukkan material $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ dan $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$ memiliki ukuran yang masuk dalam klasifikasi nanomaterial dengan pola distribusi ukuran yang merata.

Kata kunci : nanomaterial, polioksometalat, oksida SiO_2 , oksida TiO_2 , oksida ZrO_2 , senyawa TaCl_5 .

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI	ii
HALAMAN PENGESAHAN SKRIPSI	iii
PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
ABSTRACT	ix
ABSTRAK	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Katalis	5
2.2 Senyawa Polioksometalat	6

2.2.1 Sifat Katalitik dari Senyawa Polioksometalat	10
2.2.2 Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O}$	11
2.3 Material Nanomaterial	11
2.4 Oksida Logam	12
2.4.1 Silikon dioksida (SiO_2)	13
2.4.2 Titanium dioksida (TiO_2)	13
2.4.3 Zirkonium oksida diklorida (ZrOCl_2)	14
2.4.4 Talantum pentaklorida (TaCl_5)	15
2.5 Analisis Gugus Fungsi Sampel dengan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR	16
2.6 Analisis Kristalinitas Sampel dengan Menggunakan XRD	17
2.7 Analisis Permukaan Sampel Menggunakan SEM	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Prosedur Kerja	24
3.3.1 Sintesis Senyawa Polioksometalat Tipe Dawson $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O}$ dan Karakterisasinya	24
3.3.2 Preparasi Nanokatalis Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O}$ dengan SiO_2	24
3.3.3 Preparasi Nanokatalis Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O}$ dengan TiO_2	25

3.3.4 Preparasi Nanokatalis Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O dengan ZrOCl ₂	25
3.3.5 Preparasi Nanokatalis Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O dengan TaCl ₅	25
3.4 Analisis Data	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Dawson (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O	27
4.2 Karakterisasi Analisis Gugus Fungsi Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O- SiO ₂ , TiO ₂ , ZrOCl ₂ , TaCl ₅ Menggunakan FT-IR	30
4.2.1 Karakterisasi Analisis Gugus Fungsi Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-SiO ₂ Menggunakan FT-IR	30
4.2.2 Karakterisasi Analisis Gugus Fungsi Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TiO ₂ Menggunakan FT-IR	32
4.2.3 Karakterisasi Analisis Gugus Fungsi Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-ZrOCl ₂ Menggunakan FT-IR.....	33
4.2.4 Karakterisasi Analisis Gugus Fungsi Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TaCl ₅ Menggunakan FT-IR.....	34
4.3 Karakterisasi Analisa Kristalinitas Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O- SiO ₂ , TiO ₂ , ZrOCl ₂ , TaCl ₅ Menggunakan XRD.....	35

4.3.1 Karakterisasi Analisis Kristalinitas Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-SiO}_2$ Menggunakan XRD.....	35
4.3.2 Karakterisasi Analisis Kristalinitas Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-TiO}_2$ Menggunakan XRD.....	36
4.3.3 Karakterisasi Analisis Kristalinitas Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-ZrOCl}_2$ Menggunakan XRD.....	37
4.3.4 Karakterisasi Analisis Kristalinitas Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-TaCl}_5$ Menggunakan XRD.....	38
4.4 Preparasi dan Karakterisasi Analisis Foto Permukaan dan Komposisi Menggunakan SEM EDX Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-SiO}_2, \text{TiO}_2, \text{ZrOCl}_2, \text{ dan TaCl}_5$	39
4.4.1 Karakterisasi Analisis Foto Permukaan dan Komposisi Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-SiO}_2$ Menggunakan SEM EDX	39
4.4.2 Karakterisasi Analisis Foto Permukaan dan Komposisi Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-TiO}_2$ Menggunakan SEM EDX	40
4.4.3 Karakterisasi Analisis Foto Permukaan dan Komposisi Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-ZrOCl}_2$ Menggunakan SEM EDX	42
4.4.4 Karakterisasi Analisis Foto Permukaan dan Komposisi Senyawa Polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}].n\text{H}_2\text{O-TaCl}_5$ Menggunakan SEM EDX	43

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	45
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	52

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Isomer polioksometalat dari struktur Keggin $[XM_{12}O_{40}]^{n-}$ dengan heteroatom yang beragam	9
Tabel 2. Isomer polioksometalat dari Wells-Dawson, $[X_2M_{18}O_{62}]^{n-}$ dengan heteroatom yang beragam	10

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur polioksometalat (a) Struktur Keggin, $\text{XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ (b) Struktur Dawson, $\text{X}_2\text{M}_{18}\text{O}_{62}^{n-}$	8
Gambar 2. Struktur isomer (a) $\alpha\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ (b) $\beta\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ (c) $\gamma\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ (d) $\delta\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ (e) $\varepsilon\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$	8
Gambar 3. Empat isomer dari anion Wells-Dawson	9
Gambar 4. Skema Kerja XRD	19
Gambar 5. Spektra FT-IR senyawa polioksometalat tipe Dawson (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	27
Gambar 6. Difraktogram XRD senyawa polioksometalat tipe Dawson (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	28
Gambar 7. Foto permukaan hasil analisis SEM dari senyawa polioksometalat (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	29
Gambar 8. Hasil Analisis EDX dari (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	30
Gambar 9. Spektra FT-IR (A) (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$ - SiO_2 (B) SiO_2 (C) polioksometalat (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	31
Gambar 10. Spektra FT-IR (A) (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$ - TiO_2 (B) TiO_2 (C) polioksometalat (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	32
Gambar 11. Spektra FT-IR (A) (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$ - ZrOCl_2 (B) ZrOCl_2 (C) polioksometalat (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	33
Gambar 12. Spektra FT-IR (A) (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$ - TaCl_5 (B) polioksometalat (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	34
Gambar 13. Difraktogram XRD (A) (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$ - SiO_2 (B) SiO_2 (C) polioksometalat (NH_4) ₆ [$\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}$]. $n\text{H}_2\text{O}$	36

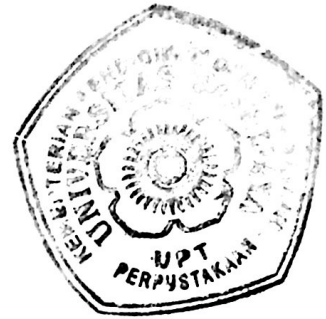
Gambar 14. Difraktogram XRD (A) $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ (B) TiO_2 (C) polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	37
Gambar 15. Difraktogram XRD (A) $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$ (B) ZrOCl_2 (C) polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	38
Gambar 16. Difraktogram XRD (A) $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$ (B) TaCl_5 (C) polioksometalat $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$	39
Gambar 17. Foto permukaan hasil analisis SEM dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$	40
Gambar 18. Hasil analisis EDX dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$	40
Gambar 19. Foto permukaan hasil analisis SEM dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$	41
Gambar 20. Hasil analisis EDX dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$	42
Gambar 21. Foto permukaan hasil analisis SEM dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$	43
Gambar 22. Hasil analisis EDX dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-ZrOCl}_2$	43
Gambar 23. Foto permukaan hasil analisis SEM dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$	44
Gambar 24. Hasil analisis EDX dari $(\text{NH}_4)_6[\beta\text{-P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{62}]\cdot n\text{H}_2\text{O}\text{-TaCl}_5$	44

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Data spektrum FT-IR polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O	53
Lampiran 2. Data spektrum FT-IR (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-SiO ₂	54
Lampiran 3. Data spektrum FT-IR (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O- TiO ₂	55
Lampiran 4. Data spektrum FT-IR (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O- ZrOCl ₂	56
Lampiran 5. Data spektrum FT-IR (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TaCl ₅	57
Lampiran 6. Data XRD senyawa polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O.....	58
Lampiran 8. Data XRD (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-SiO ₂	59
Lampiran 8. Data XRD (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TiO ₂	60
Lampiran 9. Data XRD (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-ZrOCl ₂	61
Lampiran 10. Data XRD (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TaCl ₅	62
Lampiran 11. Data SEM-EDX Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O	63
Lampiran 12. Data SEM-EDX Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-SiO ₂	63
Lampiran 13. Data SEM-EDX Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TiO ₂	64
Lampiran 14. Data SEM-EDX Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-ZrOCl ₂	64
Lampiran 15. Data SEM-EDX Senyawa Polioksometalat (NH ₄) ₆ [β-P ₂ W ₁₈ O ₆₂].nH ₂ O-TaCl ₅	65
Lampiran 16. Hasil preparasi senyawa polioksometalat dengan SiO ₂ , TiO ₂ , ZrOCl ₂ , dan TaCl ₅	66

BAB I

PENDAHULUAN



1.1. Latar Belakang

Senyawa polioksometalat adalah senyawa kluster logam-oksigen yang mempunyai sifat asam basa, mempunyai berbagai variasi struktur serta berbagai tingkat oksidasi yang berukuran nano. Senyawa polioksometalat memiliki empat macam struktur, yaitu struktur Keggin, struktur Wells-Dawson, Anderson – Evan dan Dexter-Silverton. Pada umumnya struktur Keggin dan Wells-Dawson yang umum digunakan (Yamase *et al.* 2002).

Senyawa polioksometalat banyak memiliki manfaat antara lain sebagai katalis dan bahan dasar sintesis makromolekul. Pemanfaatannya sebagai katalis karena mempunyai sifat keasaman yang tinggi yang melebihi asam sulfat serta tidak bersifat toksik. Reaksi yang banyak menggunakan senyawa polioksometalat sebagai katalis dapat berupa reaksi asam basa maupun reaksi oksidasi reduksi (Okuhara *et al.* 1996). Sebagai katalis senyawa polioksometalat dapat digunakan dalam sistem homogen maupun heterogen tergantung medium yang digunakan, dalam sistem heterogen senyawa polioksometalat dapat digunakan kembali (*reusable*) hingga beberapa kali reaksi katalitik.

Sifat katalitik senyawa polioksometalat sebagai katalis dapat ditingkatkan dengan cara melakukan pengembangan terhadap senyawa polioksometalat. Pengembangan yang dilakukan dengan senyawa polioksometalat yaitu dengan memodifikasinya dengan diemban SiO_2 , TiO_2 , ZrOCl_2 , TaCl_5 . Oksida logam SiO_2

merupakan oksida logam yang paling sering digunakan dalam preparasi senyawa polioksometalat karena tersedia secara luas, netral atau sedikit asam dan memiliki area permukaan dan porositas yang spesifik (Newman *et al.* 2006). Sedangkan penggunaan oksida logam TiO_2 didasarkan dari sifat yang dimilikinya yaitu tidak tembus cahaya, mempunyai warna putih, lembam, tidak beracun, dan harganya relatif murah (Carp and Reller, 2004). Zirkonium oksida diklorida (ZrOCl_2) adalah senyawa yang banyak digunakan dalam berbagai kepentingan di industri termasuk pemanfaatannya dalam bidang katalisis. Hal ini didasarkan pada beberapa sifat yang dimilikinya seperti kestabilan termalnya yang tinggi, luas permukaan spesifik yang besar serta keasaman permukaannya (Fatimah, 2009). Senyawa TaCl_5 telah terbukti memiliki aktivitas katalitik dalam reaksi asam-katalis seperti esterifikasi asam metakrilat dengan metanol, alkilasi benzena dengan etana, yang memiliki elektronegativitas dan jari-jari ionik yang cocok. Dengan demikian, beberapa atom W dapat menggantikan atom Ta dan bentuk ikatan W-O-Ta pada permukaan senyawa Ta. Interaksi yang kuat antara unit Dawson dan dukungan senyawa Ta diharapkan dapat meningkatkan stabilitas katalis (Xu *et al.* 2008). Tujuan dari modifikasi senyawa polioksometalat dengan diemban senyawa lain yaitu untuk mendapatkan senyawa polioksometalat dengan struktur nano yang lebih baik yang dapat diaplikasikan sebagai nanomaterial.

Katalis nano seringkali tidak bisa digunakan begitu saja sebagaimana fungsinya. Kendala utama yang akan dihadapi adalah proses aglomerasi yang mengakibatkan berkurangnya luas permukaan kontak sekaligus hilangnya reaktifitas katalisis. Hal ini besar kemungkinan akan memperlambat aliran fluida

reaktan karena ukuran katalis yang kecil dapat meningkatkan kerapatan. Sehingga nanokatalis akan berfungsi dengan baik apabila diemban oleh semacam material lain yang berperan sebagai pendispersi (Liherlinah *et al.* 2009).

Devassy *et al* (2002) melaporkan sintesis senyawa polioksometalat berbasis Keggin dengan menggunakan oksida logam ZrO_2 yang dengan telah dikarakterisasi menggunakan BET dengan menghasilkan luas permukaan $53,2 \text{ m}^2/\text{g}$ dan kerapatan permukaan $7,2 \text{ W nm}^{-2}$. Pada penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi senyawa polioksometalat tipe Dawson dengan beberapa oksida logam yaitu SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$, dan senyawa $TaCl_5$. Gugus fungsi senyawa polioksometalat serta berhasil atau tidak SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl_5$ diemban oleh senyawa polioksometalat dilakukan dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD. Karakterisasi ini dilakukan baik sebelum maupun sesudah oksida logam diemban oleh senyawa polioksometalat. Karakterisasi untuk mengetahui foto permukaan dan komposisi dari senyawa polioksometalat yang telah diemban dengan beberapa senyawa seperti SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$ dan $TaCl_5$ dilakukan menggunakan SEM-EDX.

1.2. Rumusan Masalah

Senyawa polioksometalat banyak digunakan sebagai katalis, karena memiliki sifat asam yang lebih kuat dari asam Bronsted serta lebih ramah lingkungan. Untuk meningkatkan sifat katalitik maka dilakukan pengembangan terhadap senyawa polioksometalat dengan memodifikasi menggunakan SiO_2 , TiO_2 , $ZrOCl_2$, dan $TaCl_5$. Pada penelitian ini senyawa polioksometalat tipe Dawson $(NH_4)_6[\beta-P_2W_{18}O_{62}].nH_2O$ akan dimodifikasi dengan diemban beberapa senyawa

SiO₂, TiO₂, ZrOCl₂ dan TaCl₅. Modifikasi dengan diemban diharapkan menghasilkan nanomaterial yang unggul dari beberapa senyawa yang digunakan.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mensintesis senyawa polioksometalat tipe Dawson dengan pendukung beberapa senyawa menjadi nanomaterial dan melakukan karakterisasi hasil preparasi menggunakan spektrofotometer FT-IR, analisis kristalinitas XRD serta foto permukaan dengan SEM.
2. Memperoleh nanomaterial terbaik dari beberapa senyawa yang digunakan dari data karakterisasi foto permukaan SEM.

1.4. Manfaat Penelitian

Memperoleh nanomaterial terbaik yang terbentuk dari senyawa polioksometalat yang telah diemban dengan beberapa senyawa untuk mendapatkan katalis yang mempunyai sifat katalitik yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abeyasinghe, Samangi. 2012. Keggin-Type Aluminum Nanoclusters: Synthesis, Structural Characterization And Environmental Implications. *Theses and Desertation*. University of Iowa.
- Abdullah. M dan Khairurrijal. 2008. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nano Saintek*, Vol.2 No 1, 28
- Andriyani. 2005. *Senyawa Heteropoliacid Sebagai Katalis Pada Sistem Homogeni Dalam Pelarut Organik*. Medan.: Universitas Sumatera Utara.
- Ari, Handayani, . (2007). *Pengamatan Strukturmikro dengan Mikroskop Optik dan Scanning electron microscope (SEM-EDX)*. Pusat Pendidikan dan Pelatihan Badan Tenaga Nuklir Nasional:Jakarta.
- Benny R, Fernandes.2011. Nanomaterial : Sintesis, Karakterisasi, Sifat dan Peralatan, Elektronik. Padang: Univeristas Andalas.
- Candra. P, Patiha dan Ayuningtyas. A.K. 2013. Reduksi Logam Berat Chromiium (VI) dengan Fotokatalis Komposit TiO₂-SiO₂. *Jurnal Bumi Lestari*, Vol.13 No. 2,257-264
- Carp.O, C. L. Huisman, A. Reller. 2004. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Preogress in Solid State Chemistry*.
- Chang, Raymon. 2010. *Chemistry, 10th Edition*. McGraw-Hill Co. Inc: New York.
- Contant, R. 1990. *Inorganic synthesis*,vol 27. Jhon wiley and Sons.
- Devassy, B.M, Haligudi. S. B, Hegde. S. G, Halgeri. A. B, Lafebvre. F. 2002, 12-Tungstophosphoric Acid/Zirconia-A Highly Active Stable Solid acid-Comparison With A-Tungstated Zirconia Catalyt. *Chemical Communication*, 1074-1075.
- Fatimah, I. 2009. Dispersi TiO₂ Ke Dalam SiO₂-Montmorillonit Efek Jenis Prekursor, *Jurnal Penelitian Saintek*, 14, 1, 41-58.
- Fatimah, I. 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, Droege, M.W, Domaille, P.J, 1987, Trivacant Heropolytungstate Deviratives. 3.¹. Rational Syntheses, Characterization, Two-Dimentional ¹⁸³W NMR, and Properties of P₂W₁₈M₄(H₂O)₂O₆₂¹⁰⁻ and

- $P_2W_{30}M_4(H_2O)_2O_{112}^{16-}$ (M= Co, Cu, Zn), *Inorganic Chemistry*, 26,3886-3896.
- Gonzales, M., Hennandes, E., Ascencio, J.A., Pacheco, F., & Pacheco, S.(2010). Hidroksiapatite Cristal Grown on A Selulosa Matrix Using Titanium Alkoxide As a coupling agen. *Jurnal of Material Chemistry*, 13, 2948-2951.
- Hardjono, S. (1991). *Dasar-Dasar Spektroskopi*. Yogyakarta: Penerbit Liberty.
- Herdianita.N.R, Ong.H.L, Subroto.E.A, Priadi.B. 1999. Pengukuran Kristalinitas Silika Berdasarkan Metode Difraktometer Sinar-X.*PROC.ITB*,Vol 31 No.1
- Kim. H. J, Shul. Y. G, and Han. H. 2006. Synthesis of Heteropolyacid ($H_3PW_{12}O_{40}$)/ SiO_2 Nanoparticles and Their Catalytic Properties, *Applied Catal. A: General*, 299, 46-51.
- Kozhevnikov, I., Robert, M R., Derouane, E. 2002. *Catalyst for Chemical Synthesis, Vol. 2: Catalysis by Polyoxometalates*. John Willey & Sons: Liverpool.
- Krowschwitz, J. (1990). *Polymer Characterization and Analysis*. Canada: John Wiley and Sons.
- Latununuwe, A., Setiawan, A., Lubis, P., Yulkifli, Winata, T., dan Sukirno, 2008, Penumbuhan Nanokatalis Co-Fe dengan Metode Sputtering, <http://file.upi.edu>, Diakses pada tanggal 28 Januari 2014.
- 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*, 15, 90-95, <http://file.upi.edu>, diakses pada tanggal 20 Januari 2014 pukul 8.46 WIB.
- Lesbani. A, Mohadi. R, Hidayati. N, 2012. Penggunaan Spektroskopi ^{31}P NMR dan FT-IR Untuk Karakterisasi Senyawa Polioksometalat Tipe Dawson $(NH_4)_6[\beta-P_2W_{16}O_{62}]$ dan $(NH_4)_6[\alpha-P_2W_{16}O_{62}]$, *Jurnal Molekul*, 7, 2, 105-111.
- López.T, Tzompantzi.F, Hernandez. J, Gomez. R, Bokhimi. X. 2002. Effect of Zirconia Precursor on The Properties of ZrO_2-SiO_2 Sol-Gel Oxides. *Journal Sol-Gel.Sci.Technology*, 24
- Nerwman, A., Brown D R., Siril, P., Lee, AF., Wilsom, K. 2006. Structural Studies of High Dispersion ($H_3PW_{12}O_{40}$)/ SiO_2 Solid Acid Catalyst Physical Chemistry. *Chemical Physics*, pp 8, 2893-2902.

- Nurwijadi. 1998. *Petunjuk Praktikan Metalurgi Bahan Bakar Nuklir Pengukuran Luas Muka*. Pusat Pendidikan dan Latihan Badan Tenaga Atom Nuklir Nasional. Yogyakarta.
- Okuhara.T.; Mizuno. N.; Misono. M. 1996. Advances in Catalysis Vol 41: *Catalytic Chemistry of Heteropoly Compounds*. 113-252.
- Puspawati.N.M, I N. Simpen,I N. Miwada.S. 2012. Isolasi Gelatin dari Kulit Kaki Ayam Broiler dan Karakterisasi Gugus Fungsinya dengan Spektrofotometri FTIR. *Jurnal Kimia* 6 (1) :79-87
- Pozniczek. J, Lubanska. A, Micek- Ilnicka. A, Mucha. D, Lalik. E, Bielanski. A, 2006, TiO_2 and SiO_2 Supported Wells-Dawson Heteropolyacid $\text{H}_6\text{P}_2\text{W}_{18}\text{O}_{60}$ As The Catalyst For ETBA Formation, *Applied Catalysis A: General*, 298, 217-224.
- Rafiee. E, and F. Shahbazi. 2006. One-pot Synthesis of Dihydropyrimidones Using Silica-Supported Heteropoly Acid as An Efficient and Reuseable Catalyst: Improved Protocol Conditions For The Biginelli Reaction; *J. Mol. Catal. A: Chemical*; 57-61.
- Ridho. B. 2009. *Pengaruh Waktu Sonokimia Terhadap Ukuran Kristal Kalsium Karbonat (CaCO_3)*. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Riri, 2010, *Metode Pembuatan Nanokatalis*, <http://tech.groups.yahoo.com>, Diakses pada tanggal 28 Januari 2014.
- Saito. T, 2009. *Oksida Logam, Oksida Molekuler dan Satu Dimensi Berstruktur Rantai*. http://www.chem-is-try.org/materi_kimia/kimia-anorganik-universitas/kimia-unsur-non-logam/oksida-logam-oksida-molekuler-dan-oksida-satu-dimensi-berstruktur-rantai/. Diakses pada tanggal 28 Januari 2014.
- Samantaray, Satish. 2012. *Phsicochemical Characterization and Catalytic Application of Monocomposite Oxides and Clay Based Nanoporous Materials for Synthesis of Some Biologically Important Molecules*. Thesis. Departement of Chemistry National Institute of Technology, Roerkela.
- Saragih, S. 2008. *Karbonilasi Metil Oleat Dengan Katalis $\text{PdCl}_2/\text{CuCl}_2$ Menggunakan Aerosil Sebagai Penyerap Air*. Skripsi. FMIPA Universitas Sumatera Utara. Diakses 22 Oktober 2013.
- Sartono, A.A., 2006. Difraksi sinar-X (X-RD). *Tugas Akhir Mata Kuliah Proyek Laboratorium*. Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

- Septina. W. 2007. *Sintesa nanokristal Mesopori TiO₂ dengan Metode Sol-Gel*. Tugas Akhir. Program Studi Teknik Fisika ITB.
- Siswanto, Moh. Hamzah, Mahendra A., dan Fausiah. 2012. Perekayasa Nanosilika Berbahan Baku Silika Lokal Sebagai Filler Kompon Karet Rubber Air Bag Peluncur Kapal Dari Galangan. *Prosiding InSINas*.
- Sudjoko. 2009. Review Klorinasi Zirkon Dioksida. *Ganendra*, Vol. XII, No. 1.
- Suryanto. 2009. Analisis *Loop* Dislokasi Menggunakan *Transmission Electron Microscope*. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 10, No. 3.
- Wahyuni. M. S dan Hastuti. E. 2010. Karakterisasi Cangkang Kerang Menggunakan *XRD* dan *X Ray Physics Basic Unit*. *Jurnal Neutrino*, Vol.3, No.1.
- Warren. 1969. *X-Ray Diffraction*, Addition-wesley pub: Messach.
- Wedd, A. G. Ed. 2003. *Comprehensive Coordination Chemistry II Volume 4*. Elsevier Science: New York.
- Widegren. J. a. and R. G. Finke. 2003. A review os soluble transition-metal nanocluster as arene hydrogenation catalyst. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 191, p.187.
- Xu. L, Yang. X, Yu. X, Guo. Y, Maynurdader. 2008. Preparation of Mesoporous Polyoxometalate-Talantum Pentoxide Composite Catalyst For Efficient Esterification Of Fatty Acid. *Catalysis Communication*. 9, 1607-1611.
- Xu. L, Yihang. G, Huiru. M, and Jianguo. G. 2013. Heterogeneous Acid Catalytic Esterification by Porous Polyoxometalate-Talantum Pentaoxide Nanocomposites. *Journal of Wuhan University of Tecnology-Mater.Sci.Ed*, Vol. 28, Issue 3, 580-585.
- Yamase, T.;Pope, M. T. Eds. 2002. *Polyoxometalate Chemistry For Nano-Composite Design*; Kluwer: Dordrecht. The Netherlands.
- Yang.Y., Ho-Hyun.N., Osamu.S.,and Takahisa.O.. 2012. Electronic Structures of Oxygen-deficient Ta₂O₅. *Chiba* 277-8581.Japan.
- Yuan, H., Gao, F., Zhang, Z., Miao, L., Yu, R., Zhao, H., Lan, M.. 2010. Study of Controllable Preparation of Silica Nanoparticles with Multi-sized anf Their Size-dependent Cytotoxicity in Pheochromocytoma Cells and Human Embryonic Kidney Cells. *Journal of Health Science*, vol. 56, No. 6, pp.632-640.

Zawrah. M. F, El-Kheshen. A. A, Abd-El-All. H. 2009. Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles. *Journal of Ovonic Reasearch*, vol.5, No.5, pp.129-133.