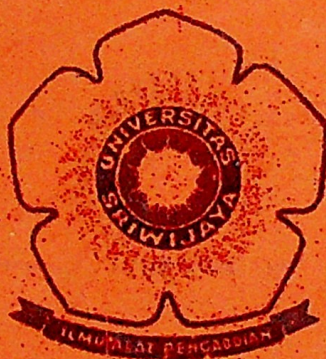


**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL  
BERBASIS SENYAWA POLIOKSOMETALAT  
 $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$  DENGAN  $SiO_2$ ,  
 $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  DAN  $TaCl_5$**

**SKRIPSI**

**Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Sains Bidang Studi Kimia pada Fakultas MIPA**



**Kimia**

Oleh :

**HESTI RIZKI AMALIA**

**08101003064**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

**2014**

R: 26799/27360

S  
660.0107  
Hes  
P  
2014  
C. M2440

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL  
BERBASIS SENYAWA POLIOKSOMETALAT  
 $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}] \cdot nH_2O$  DENGAN  $SiO_2$ ,  
 $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  DAN  $TaCl_5$**



**SKRIPSI**

**Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Sains Bidang Studi Kimia pada Fakultas MIPA**



Oleh :

**HESTI RIZKI AMALIA**

**08101003064**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS SRIWIJAYA**

**2014**

## HALAMAN PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis  
Senyawa Polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$   
dengan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$

Nama Mahasiswa : Hesti Rizki Amalia

NIM : 08101003064

Jurusan : KIMIA

Telah disetujui untuk disidangkan pada 2 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 Berbasis Senyawa Polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dengan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$

Nama Mahasiswa : Hesti Rizki Amalia

NIM : 08101003064

Jurusan : KIMIA

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Sidang Ujian Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya pada tanggal 2 Juli 2014 dan telah diperbaiki, diperiksa, serta disetujui sesuai dengan masukan panitia sidang ujian skripsi.

Indralaya, 8 Juli 2014

### Pembimbing

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

(.....  
(.....  
(.....

### Pembahas :

1. Nurlisa Hidayati, M.Si
2. Dr. Miksusanti, M.Si
3. Nova Yuliasari, M.Si

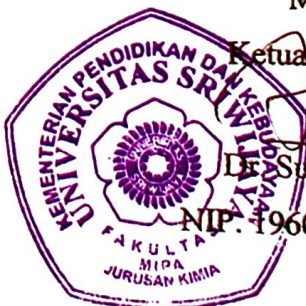
(.....  
(.....  
(.....

Mengetahui

Ketua Jurusan Kimia

Dr. Suheryanto, M.Si

NIP. 196006251989031006



## PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama Mahasiswa : Hesti Rizki Amalia

NIM : 08101003064

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,



Hesti Rizki Amalia  
08101003064

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

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

Nama Mahasiswa : Hesti Rizki Amalia  
NIM : 08101003064  
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 Senyawa Poliokso metalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dengan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$ ”.**

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,



Hesti Rizki Amalia

08101003064

## MOTTO DAN PERSEMBAHAN

*"Our parents are the greatest gift in a life"*

*"Always be yourself and never be anyone else even if they look better than you"*

*"Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan" (QS Al Insyirah : 6)*

*"Sesuatu yang belum dikerjakan, seringkali tampak mustahil; kita baru yakin kalau kita telah berhasil melakukannya dengan baik," (Evelyn Underhill)*

*Alhamdulillah.....*

*Dengan izin Allah kupersembahkan karya kecilku kepada :*

- ❖ Allah SWT*
- ❖ Nabi Muhammad SAW*
- ❖ Bapak dan Ibu yang selalu mendoakan dan memotivasiku*
- ❖ Saudara dan Keluarga besarku*
- ❖ Dosen Pembimbingku*
- ❖ Sahabat dan Teman-temanku*
- ❖ Almamaterku*

## KATA PENGANTAR

**Assalamualaikum warahmatullahi wabarakatuh.**

Puji dan syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT karena berkat limpahan rahmat dan ridho-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini yang berjudul **"Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial Berbasis Senyawa Polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dengan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$ ".** Shalawat serta salam semoga selalu tercurah kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah membawa kita dari zaman kegelapan ke alam berilmu seperti sekarang ini.

Dalam penelitian dan penulisan skripsi ini, penulis menghaturkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada **Bapak Aldes Lesbani, Ph.D** dan **Bapak Dr.rer.nat. Risfidian Mohadi**, yang selalu memberikan bimbingan, arahan dan waktu yang diluangkan kepada penulis selama menjalankan penelitian dan penyusunan skripsi ini hingga selesai.

Selain itu penulis juga mengucapkan terima kasih kepada:

1. Drs. Muhammad Irfan M.T, selaku dekan FMIPA Universitas Sriwijaya
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA UNSRI Bapak Dr. Suheryanto, M.Si
3. Kementerian Riset dan Teknologi RI melalui Insentif SINAS 2014
4. Ibu Dosen Pembahas Nurlisa Hidayati, M.Si, Dr. Miksusanti M.Si dan Nova Yuliasari, M.Si telah yang memberikan masukan-masukan yang sangat membangun dalam skripsi ini
5. Pembimbing Akademik Bapak Dr. Hasanudin, M.Si terimakasih atas bimbingan dan nasehat-nasehatnya.
6. Seluruh analis, staf dan dosen jurusan Kimia Fakultas MIPA UNSRI



7. Kedua orang tua ku, saudara dan keluarga besar ku terimakasih atas motivasinya.
8. Sahabat terbaik sekaligus partner anorganik ku Hesti Hahap, Metha dan Winda, terima kasih untuk semua bantuan, dukungan, semangat dan keceriaannya serta untuk kebersamaannya baik dalam suka maupun duka.
9. Buat teman-teman partner anorganik yang lain Atul, Randi dan Minaria, terima kasih untuk semua bantuan, dukungan dan semangatnya.
10. Buat semua teman-teman ku Kimia 2010 trimakasih semuanya, tetap semangat kalian pasti bisa.
11. Kakak-kakak ku kimia 2009, adik-adik ku kimia 2011, 2012 dan 2013 terus semangat dalam segala hal, terima kasih.
12. Semua pihak yang telah membantu penulis selama penelitian dan penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan mereka.

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.

**Wassalamualaikum warahmatullahi wabarakatuh.**

Indralaya, 8 Juli 2014

Penulis

**PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF NANOMATERIAL  
BASED ON POLYOXOMETALATE  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$   
WITH  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  AND  $TaCl_5$**

By:

**HESTI RIZKI AMALIA  
08101003064**

**ABSTRACT**

Preparation of nanomaterial based on polyoxometalate  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  with  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$ , and  $TaCl_5$  was carried out to form  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ ,  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$ ,  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$ . Nanomaterial from preparation was characterized through functional group analysis using FT-IR spectrophotometer, crystallinity analysis using XRD and surface photo analysis using SEM. The results show that nanomaterials  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  were the best nanomaterial from preparation. FT-IR spectrum shows specific wavenumber for nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  in the range 462-1620  $cm^{-1}$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  in the range 516-1620  $cm^{-1}$ . XRD pattern for nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  show there is a different between polyoxometalate  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ ,  $SiO_2$  and  $TaCl_5$ . SEM photo analysis shows nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  has nanosize with homogeneous distribution size. FT-IR spectrum and XRD pattern of  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$  did not show the supporting of  $TiO_2$  and  $ZrOCl_2$  to polyoxometalate to form nanomaterial. Nevertheless SEM photoanalysis show homogeneous distribution and size of  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$  and  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$  and classified as nanomaterials.

**Keywords:**  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ , nanomaterial,  $SiO_2$ ,  $TaCl_5$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$ .

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOMATERIAL BERBASIS  
SENYAWA POLIOKSOMETALAT  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  DENGAN  $SiO_2$ ,  
 $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  DAN  $TaCl_5$**

Oleh :

**HESTI RIZKI AMALIA  
08101003064**

**ABSTRAK**

Telah dilakukan preparasi nanomaterial senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dengan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$  membentuk nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$ ,  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$ ,  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$ . Nanomaterial hasil preparasi dikarakterisasi melalui analisis gugus fungsi dengan spektrofotometer FT-IR, analisis kristalinitas dengan XRD dan analisis foto permukaan dengan SEM. Hasil analisis menunjukkan bahwa nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  merupakan nanomaterial terbaik hasil sintesis. Hasil spektra FT-IR menunjukkan bilangan gelombang spesifik nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  pada rentang  $462-1620\text{ cm}^{-1}$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  pada rentang  $516-1620\text{ cm}^{-1}$ . Pola difraksi XRD masing-masing untuk nanomaterial  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  menunjukkan perbedaan yakni antara senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ ,  $SiO_2$  dan  $TaCl_5$ . Hasil analisis SEM menunjukkan material  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-SiO_2$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TaCl_5$  berukuran nano dengan distribusi yang merata. Hasil analisis FT-IR dan XRD untuk material  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$  tidak menunjukkan terjadinya pengembunan oksida logam menjadi nanomaterial. Akan tetapi pada hasil analisis SEM menunjukkan distribusi yang merata dan ukuran material  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-TiO_2$  dan  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O-ZrOCl_2$  dalam rentang nanomaterial.

**Kata kunci:**  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ , nanomaterial,  $SiO_2$ ,  $TaCl_5$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$ .

**DAFTAR ISI**

<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH</b> .....	iv
<b>HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS</b> .....	v
<b>MOTTO DAN PERSEMBAHAN</b> .....	vi
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vii
<b>ABSTRACT</b> .....	ix
<b>ABSTRAK</b> .....	x
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvii
<b>DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN</b> .....	xviii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	3
1.3. Tujuan Penelitian .....	4
1.4. Manfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1. Senyawa Polioksometalat.....	5
2.1.1. Struktur Senyawa Polioksometalat .....	6
2.1.1.1. Struktur Keggin.....	6
2.1.1.2. Struktur Dawson .....	8
2.1.2. Sifat Katalitik Senyawa Polioksometalat .....	8
2.2. Material Nanopartikel.....	10
2.3. Katalis.....	10
2.4. Silika Oksida (SiO <sub>2</sub> ).....	11
2.5. Titanium Oksida (TiO <sub>2</sub> ).....	13

2.6. Senyawa Zirkonium .....	15
2.7. Senyawa Tantalum .....	17
2.9. Spektrofotometer FT-IR .....	17
2.10. X-Ray Difraktometer.....	21
2.11. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	22
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>24</b>
3.1. Waktu dan Tempat .....	24
3.2. Alat dan Bahan.....	24
3.2.1. Alat.....	24
3.2.2. Bahan.....	24
3.3. Prosedur Penelitian.....	25
3.3.1. Sintesis Senyawa $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ dan Karakterisasinya .....	25
3.3.2. Preparasi $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O - SiO_2$ dan Karakterisasinya.....	25
3.3.3. Preparasi $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O - TiO_2$ dan Karakterisasinya .....	26
3.3.4. Preparasi $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O - ZrOCl_2$ dan Karakterisasinya.....	26
3.3.5. Preparasi $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O - TaCl_5$ dan Karakterisasinya.....	27
3.4. Analisis Gugus Fungsi Sampel dengan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR .....	27
3.5. Analisis Kristalin dengan Menggunakan XRD .....	28
3.6. Analisis Permukaan Sampel dengan Menggunakan SEM .....	28
3.7. Analisis Data.....	29
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>30</b>
4.1. Sintesis dan Karakterisasi Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ dengan menggunakan Spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.....	30
4.2. Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial	

H <sub>3</sub> [ $\alpha$ -PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub> dengan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.....	33
<b>4.3. Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial</b>	
H <sub>3</sub> [ $\alpha$ -PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-TiO <sub>2</sub> dengan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.....	38
<b>4.4. Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial</b>	
H <sub>3</sub> [ $\alpha$ -PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- ZrOCl <sub>2</sub> dengan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.....	44
<b>4.5. Preparasi dan Karakterisasi Nanomaterial</b>	
H <sub>3</sub> [ $\alpha$ -PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-Ta dengan Menggunakan Spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.....	49
<b>4.6. Perbandingan Penggunaan SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, ZrOCl<sub>2</sub> dan wa TaCl<sub>5</sub> dalam Preparasi Nanomaterial H<sub>3</sub>[<math>\alpha</math>-PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>].nH<sub>2</sub>O yang Diemban SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, ZrOCl<sub>2</sub> dan TaCl<sub>5</sub> .....</b>	<b>53</b>
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>55</b>
5.1. Kesimpulan .....	55
5.2. Saran.....	55
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>56</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Serapan Khas Gugus Fungsi dalam Daerah Infra Merah.....	20
Tabel 2. Data bilangan gelombang senyawa polioksometalat H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O .....	32
Tabel 3. Data bilangan gelombang H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-SiO <sub>2</sub> .....	35
Tabel 4. Data bilangan gelombang untuk H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-TiO <sub>2</sub> .....	40
Tabel 5. Data bilangan gelombang untuk H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-ZrOCl <sub>2</sub> ....	45
Tabel 6. Data bilangan gelombang untuk H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-Ta.....	50

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Ikatan (a) Polihedral Struktur (b) Isomer $\alpha$ - Keggin dari Anion $[\text{XM}_{12}\text{O}_{40}]^{x-8}$ .....	7
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) $\varepsilon\text{-XM}_{12}\text{O}_{40}^{n-}$ .....	7
Gambar 3.	Struktur Dawson $\text{X}_2\text{M}_{18}\text{O}_{62}^{n-}$ .....	8
Gambar 4.	Skema Kerja XRD.....	22
Gambar 5.	Spektra FT-IR Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ .....	31
Gambar 6.	Pola Difraksi XRD Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ .....	32
Gambar 7.	Hasil Analisis SEM Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ .....	33
Gambar 8.	Spektra FT-IR Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ (A), $\text{SiO}_2$ (B) dan Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ (C).....	34
Gambar 9.	Pola Difraksi XRD Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ (A), $\text{SiO}_2$ (B) dan Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ (C).....	36
Gambar 10.	Hasil Analisis SEM Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ Perbesaran 5000 Kali .....	38
Gambar 11.	Hasil Analisis SEM Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-SiO}_2$ Perbesaran 2000 Kali.....	38
Gambar 12.	Spektra FT-IR Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ (A), $\text{TiO}_2$ (B) dan Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ (C).....	39
Gambar 13.	Pola Difraksi XRD Senyawa Polioksometalat $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}$ (A), $\text{TiO}_2$ (B) dan Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-TiO}_2$ (C).....	41
Gambar 14.	Hasil Analisis SEM Nanomaterial $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}].n\text{H}_2\text{O}\text{-}$	



TiO <sub>2</sub> .....	43
Gambar 15. Data EDX Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-TiO <sub>2</sub> .....	43
Gambar 16. Spektra FT-IR Senyawa Polioksometalat H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ]. nH <sub>2</sub> O (A), ZrOCl <sub>2</sub> (B) dan Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- ZrOCl <sub>2</sub> (C).....	45
Gambar 17. Pola Difraksi XRD Senyawa Polioksometalat H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ]. nH <sub>2</sub> O (A), ZrOCl <sub>2</sub> (B) dan Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- ZrOCl <sub>2</sub> (C) .....	47
Gambar 18. Hasil Analisis SEM Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- ZrOCl <sub>2</sub> .....	48
Gambar 19. Data EDX Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-ZrOCl <sub>2</sub> .....	49
Gambar 20. Spektra FT-IR Senyawa Polioksometalat H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O (A) dan nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- TaCl <sub>5</sub> (B) .....	50
Gambar 21. Pola Difraksi XRD Senyawa Polioksometalat H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ]. nH <sub>2</sub> O (A) dan Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- TaCl <sub>5</sub> (B)	51
Gambar 22 Hasil Analisis SEM Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O- TaCl <sub>5</sub> .....	52
Gambar 23. Data EDX Nanomaterial H <sub>3</sub> [α-PW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ].nH <sub>2</sub> O-TaCl <sub>5</sub> .....	53

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Data Digital FT-IR Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	61
Lampiran 2.	Data Digital FT-IR Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $SiO_2$ .....	62
Lampiran 3.	Data Digital FT-IR Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $TiO_2$ .....	63
Lampiran 4.	Data Digital FT-IR Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $ZrOCl_2$ .....	64
Lampiran 5.	Data Digital FT-IR Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $TaCl_5$ .....	65
Lampiran 6.	Data Digital XRD Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ .....	66
Lampiran 7.	Data Digital XRD Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $SiO_2$ .....	67
Lampiran 8.	Data Digital XRD Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $TiO_2$ .....	68
Lampiran 9.	Data Digital XRD Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $ZrOCl_2$ .....	69
Lampiran 10.	Data Digital XRD Nanomaterial $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ - $TaCl_5$ .....	70
Lampiran 11.	Hasil Sintesis Senyawa Polioksometalat $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$ Dengan Beberapa Oksida Logam.....	71

## DAFTAR ISTILAH DAN SINGKATAN

$H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$	Asam $\alpha$ -dodeka tungstosfat
Keggin	Senyawa Polioksometalat dengan rumus $[XM_{12}O_{40}]^{x-8}$
Dawson	Senyawa Polioksometalat dengan rumus $[X_2M_{18}O_{62}]^{2x-16}$
TEOS	Tetraetilortosilikat
$SiO_2$	Silika dioksida
$TiO_2$	Titanium dioksida
$ZrO_2$	Zirkonium dioksida
HCl	Asam klorida
FT-IR	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
XRD	X-Ray Difraktometer
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>



## BAB I PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Sintesis senyawa padatan anorganik dalam rangka pemanfaatan untuk katalis, proses pemisahan dan adsorpsi selektif telah berkembang dengan pesat (Kozhevnikov, 2002). Salah satu padatan anorganik yang menarik perhatian untuk dikembangkan dan masih terus diteliti kemampuannya sebagai katalis yakni senyawa-senyawa polioksometalat (Lesbani, 2008). Senyawa polioksometalat adalah senyawa kluster logam-oksigen yang mempunyai sifat asam basa, mempunyai berbagai variasi struktur serta berbagai tingkat oksidasi sehingga sangat efektif digunakan sebagai katalis. Senyawa ini telah diaplikasikan sebagai katalis dalam proses industri di negara maju seperti di Jepang (Nakagawa and Mizuno, 2007). Senyawa polioksometalat memiliki muatan yang besar dan berukuran 1-5 nm sehingga bisa digunakan sebagai nanokatalis (Cronin *et al.* 2010).

Penelitian terhadap senyawa polioksometalat terutama ditujukan dalam rangka keunggulannya sebagai katalis yang dapat dilakukan baik dalam sistem homogen maupun heterogen tergantung medium yang digunakan. Dalam katalis homogen reaktan, produk dan katalis secara molekul berada dalam satu fase, biasanya berupa cairan. Dalam sistem heterogen, senyawa polioksometalat dapat digunakan secara berulang hingga beberapa kali reaksi katalitik.

Untuk merubah sifat senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  sebagai katalis maka pengembangannya harus terus dilakukan. Pengembangan yang dilakukan yaitu dengan memodifikasi senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dengan diemban  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$ . Tujuan dari modifikasi ini yaitu untuk mendapatkan nanomaterial yang lebih baik yang diharapkan bisa diaplikasikan sebagai katalis.

Katalis nanopartikel lebih efektif daripada katalis konvensional berskala mikro karena ukuran katalis nano yang sangat kecil memberikan perbandingan yang besar antara luas permukaan dengan volume katalis tersebut. Hal ini cukup penting karena saat ukuran benda semakin besar, maka luas permukaannya juga lebih besar tetapi tidak sebanding atau sebanyak penambahan volumenya. Selain itu, sebagai partikel dalam skala nano mereka cenderung dipengaruhi oleh sifat atom atau molekul-molekulnya dan memperlihatkan sifat yang berbeda dengan ukuran bulk dari material yang sama (Yokoyama *et al.* 2008).

Pada penelitian ini dilakukan preparasi serta karakterisasi senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dengan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$ .  $SiO_2$  merupakan oksida logam yang paling sering digunakan dalam sintesis nanomaterial senyawa polioksometalat karena tersedia secara luas, netral atau sedikit asam dan memiliki area permukaan dan porositas yang spesifik (Newman *et al.* 2006). 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). Senyawa zirkonium 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, atau isomerisasi 1-butena,  $Ta^{5+}$  (1.50, 0.064 nm) dan  $W^{6+}$  (1.70, 0.06 nm) 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 Keggin dan dukungan senyawa Ta diharapkan dapat meningkatkan stabilitas katalis (Xu *et al.* 2008).

Untuk mengetahui gugus fungsi senyawa polioksometalat serta untuk mengetahui berhasil atau tidak  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$  diemban oleh senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$  dikarakterisasi menggunakan FT-IR, XRD dan SEM. Karakterisasi ini dilakukan baik sebelum maupun sesudah  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$  diemban oleh senyawa polioksometalat.

## 1.2. Rumusan Masalah

Senyawa polioksometalat merupakan senyawa kluster logam oksigen yang memiliki keasaman yang tinggi melebihi asam sulfat yang diukur berdasarkan satuan Hammett, sehingga senyawa polioksometalat dapat dimanfaatkan sebagai katalis. Pengembangan senyawa polioksometalat sebagai katalis dilakukan dengan cara memodifikasinya dengan menggunakan  $SiO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrOCl_2$  dan  $TaCl_5$ . Dalam penelitian ini digunakan senyawa polioksometalat  $H_3[\alpha-PW_{12}O_{40}].nH_2O$

yang dimodifikasi dengan diemban oleh  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrOCl}_2$  dan  $\text{TaCl}_5$ . Dengan menggunakan  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrOCl}_2$  dan  $\text{TaCl}_5$  didapatkan nanomaterial terbaik yang ditandai dengan ukuran yang seragam dan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi.

### 1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian adalah :

1. Preparasi nanomaterial senyawa  $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  dengan  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrOCl}_2$  dan  $\text{TaCl}_5$  dan karakterisasinya melalui pengukuran menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.
2. Mendapatkan nanomaterial terbaik hasil preparasi senyawa polioksometalat  $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  dengan  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrOCl}_2$  dan  $\text{TaCl}_5$  berdasarkan data dari FT-IR, XRD dan SEM.

### 1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu memberikan informasi tentang preparasi nanomaterial senyawa polioksometalat  $\text{H}_3[\alpha\text{-PW}_{12}\text{O}_{40}]\cdot n\text{H}_2\text{O}$  dengan  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrOCl}_2$  dan  $\text{TaCl}_5$  yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan polimerisasi organik dan makromolekul

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. M dan Khairurrijal. 2008. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nano Saintek*, Vol.2 No 1, 28.
- Abdullah. M, V. Yudistira, Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. 1, Hal. 33 – 36.
- Abeyasinghe, Samangi. 2012. Keggin-Type Aluminum Nanoclusters: Synthesis, Structural Characterization And Environmental Implications. *Theses and Desertation*. University of Iowa.
- Anastas. P.L. and Kirchoff. M.M. 2002. Origins, Current Status and Future Challenges of Green Chemistry. *Chem. Res*, 35 686-694.
- Bailar. Jr. J. C. 1990. *Inorg. Synth*, 27, 132
- Beganskiene. A, Sirutkaitis. V, Kurtinaitiene. M, Juskenas. R, Kareiva. A. 2004. FT-IR, TEM and NMR Investigations of Ströber Silica Nanoparticles. ISSN 1392-1320 *Material Science (Medziagotyra)*, vol. 10, no. 4, pp.287-290.
- Candra. P, Patiha dan Ayuningtyas. A.K. 2013. Reduksi Logam Berat Chromium (VI) dengan Fotokatalis Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>. *Jurnal Bumi Lestari* , Vol. 13 No. 2, 257-264
- Carp. O, C. L. Huisman, A. Reller. 2004. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*.
- Chang. R. 2010. *Chemistry, 10th Edition*. New York: McGraw-Hill Companies, Inc.
- Creswell. J.C, Runquist. O.A, dan Campbell, M.M. 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Ed II. Bandung: ITB
- Cronin. L, Tsunashima.R, and Long. L. 2010. Polyoxometalates: Building Blocks for Functional Nanoscale Systems. *Angewandte chem*.Ed 49, 1736-1758.
- Devassy. B.M, Halligudi. S.B, Hedge. S.G, Halgeri. A.B, Lafebvre. F. 2002. 12-Tungstophosphoric Acid/Zirconia-A Highly Active Stable Solid Acid-Comparison With A Tungstated Zirconia Catalyst, *Chem. Commun*, 1074-1075.



- Endang, Palupi. 2006. *Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>*. Skripsi, FMIPA IPB, Bogor.
- Fatimah, Is, M.Si. 2009. *Peningkatan Aktivitas Katalitik TiO<sub>2</sub> dan ZrO<sub>2</sub> melalui Pengembangan pada Matriks Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Montmorillonit*. Laporan Akhir Kegiatan Hibah Penelitian untuk Mahasiswa Program Doktor, UGM.
- Feng, C and Shang, H. 2012. Hydrothermal Synthesis of H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>/TiO<sub>2</sub> Nanometer Photocatalyst and Its Catalytic Performance for Methyl Orange. *Chem. Res. Chinese Universities*, 28, 366—370
- Fessenden, Ralph and Fessenden, Joan. 1982. *Kimia Organik Edisi Ketiga*. Jakarta: Erlangga
- Fujishima, A, Hashimoto, K, Watanabe, T. 1999. *TiO<sub>2</sub>, Photocatalysis Fundamental and Applications*, BKC, Inc. Tokyo
- 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
- Hill, L.C. 2003. *Comprehensive Coordination Chemistry II*, McClaverty, J.A, Meyer, T.J. Eds. Elsevier, Amsterdam.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*. ITB, Bandung.
- Kim, H. J, Shul, Y. G, and Han, H. 2006. Synthesis of Heteropolyacid (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>)/SiO<sub>2</sub> Nanoparticles and Their Catalytic Properties, *Applied Catal. A: General*, 299, 46-51.
- Kozhevnikov, I. V, Stan M Roberts, and Eric D. 2002. *Catalysts for fine Chemical Synthesis Volume 2*. University of Liverpool, UK.
- Kroschwitz, J. 1990. *Polymer Characterization and Analysis*, John Wiley and Sons, Inc., Canada
- Lesbani, Aldes. 2008. Syntheses of Ionic Crystals of Polyoxometalate-Organometallic Complex and Sorption Properties. *Ph.D Dissertation*. The University of Tokyo.
- Lesbani, Aldes. 2009. Sintesis Nanostruktur Kristal Ion [Fe<sub>3</sub>O(OOCC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]<sub>4</sub>[α-SiW<sub>14</sub>O<sub>40</sub>].13H<sub>2</sub>O. *Makalah Kenaikan Jabatan Ke Lektor Kepala*, Vol.12.

- 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
- Luthfiana.D.S, Tito.P.R, Dwi.W.N, Nofrizal, Radyum.I, Suryandaru, Yuswono, Siswanto, Nurul dan Taufiqu. R. 2013. Ekstraksi Titanium Dioksida ( $TiO_2$ ) Dari Pasir Besi Dengan Metode Hidrometalurgi. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*.Lampung.
- Masduki,Busro dan Sudjoko, Dwiretnani.1995. Pemurnian dan Pembuatan Logam Zirkonium Hasil dan Prospeknya di Indonesia. *Prosiding Kongres Ilmu Pengetahuan Nasional VI*, Jakarta.
- M.R. Hoffmann, Martin. S.M, Choi. W, D.W. Bahnemann. 1995. Environment Application of Semiconductor Photocatalysis, *Chem Rev*, 95 69-96.
- Nakagawa. Y, and N. Mizuno. 2007. Mechanism of  $[H_2SiV_2W_{10}O_{40}]^{4-}$  Catalyzed Epoxidation of Alkenes With Hydrogen Peroxide. *Inorganic Chemistry*, Vol. 46, 1727-1736.
- Newman. A, Brown .D. R, Siril. P, Lee. A. F, 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.
- Pozniczek. J, Lubanska. A, Micek-Ilnicka. A, Mucha. D, Lalik. E, Bielanski. A. 2006.  $TiO_2$  and  $SiO_2$  Supported Well-Dawson Heteropolyacid  $H_6PW_{18}O_{62}$  As The Catalyst For ETBA Formation, *Appl. Catal A: General*, 298, 217-224.
- 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
- Rafiee. E, and F. Shahbazi. 2006. One-pot Synthesis of Dihydropyrimodones 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
- Saragih. S. 2008. *Karbonilasi Metil Oleat Dengan Katalis  $PdCl_2/CuCl_2$  Menggunakan Aerosil Sebagai Penyerap Air*. Skripsi. FMIPA Universitas Sumatera Utara.
- Samantaray, Satish. 2012. *Physicochemical Characterization and Catalytic Application of Monocomposite Oxides and Clay Based Nanoporous*

*Materials for Synthesis of Some Biologically Important Molecules.* Thesis.  
Department of Chemistry National Institute of Technology , Rourkela

- Septina. W. 2007. *Sintesa nanokristal Mesopori TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-Gel.* Tugas Akhir. Program Studi Teknik Fisika ITB.
- Silverstein. R. M, and Bassler. G. C. 1967. *Spectrometric Identification of Organic Compounds, Second Edition*, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- Silverstein. R. M, Bassler. G. C, and Morrill. T. C. 1981. *Spectrometric Identification of Organic Compounds.* 4th ed. John Wiley & Sons. New York.
- Siswanto, Moh. Hamzah, Mahendra. A, dan Fausiah. 2012. Perencanaan 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.
- Sulistyo, Budi. 2005. Pembuatan Zirkon Tetraklorida dari Pasir Zirkon Dengan Proses Kering Secara Langsung. ISSN 1410-6957, *Ganendra*, Vol. VIII, No. 1.
- Suryanto. 2009. Analisis Loop Dislokasi Menggunakan *Transmission Electron Microscope*. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Vol. 10, No. 3.
- Venkatathri. N. 2007. Preparation of Silica Nanoparticle through Coating with Octadecyltrimethoxy silane. *Indian Journal of Chemistry*, vol.46A, pp.1955-1958.
- Vogel. 2000. *Text Book of Quantitative Chemical Analysis, Edisi Keenam.* Pearson Education: London.
- 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.
- Widegren. J. A. and R. G. Finke. 2003. A review os soluble transition-metal nanocluster as arene hydrogenation catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 191, p. 187.

- Xu. L, Yang. X, Yu. X, Guo. Y, Maynurdader. 2008. Preparation of Mesoporous Polyoxometalate-Tantalum Pentoxide Composite Catalyst For Efficient Esterification of Fatty Acid, *Catalysis Communications*, 9, 1607-1611.
- Xu. L, Yihang. G, Huiru. M, and Jianguo. G. 2013. Heterogeneous Acid Catalytic Esterification by Porous Polyoxometalate-tantalum Pentoxide Nanocomposites. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater.Sci.Ed*, Vol. 28, Issue 3, 580-585.
- Yang. Y, Ho-Hyun. N, Osamu. S, and Takahisa. O. 2012. Electronic Structures of Oxygen-deficient Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. *Chiba 277-8581*. Japan.
- Yokoyama, T., Masuda, H., Suzuki, M., Ehara, K., Nogi, K., Fuji, M., Fukui, T. 2008. *Basic Properties and Measuring Method of Nanoparticles*. In Nanoparticle Technology Handbook. Chap 1, 5-48.
- 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 and 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 Research*, vol.5, No.5, pp.129-133.
- Zhu. W, Huaming. L, Xiaoying. H, Zhang, Huoming. S, Yongsheng. Y. 2007. Synthesis of Adipic Acid Catalyzed by Surfactant-type Peroxotungstates and Peroxomolybdates. *Catalysis Communications*, 9 (2008) 551-555.